

## INDICE

Presentación	3
Objetivos	6
Introducción	7
Planteamiento del Problema	9
Justificación	10
Cronograma de Actividades	11
<b>Parte 1 Análisis Físicoquímicos De Agua Y Alimentos</b>	<b>12</b>
Metodología	13
Conclusiones	15
<b>Parte 2 Estandarización De La Técnica De Fosfatos Para Análisis De Agua</b>	<b>16</b>
Aspectos Teóricos	17
Método	22
Preparación de Reactivos	24
Procedimiento	27
Resultados Obtenidos	31
Conclusiones	39

<b>Parte 3 Validación Técnica De Dureza Total Y Cálcica En Análisis De Aguas</b>	<b>40</b>
<i>Validación Técnica de Dureza Calcica</i>	41
Resultados	45
Evaluación De La Precisión	47
Evaluación De La Exactitud	48
<i>Validación De Técnica De Dureza Total</i>	52
Resultados	55
Evaluación De La Precisión	57
Evaluación De La Exactitud	58
Conclusiones	62
<b>Parte 4 Elaboración De Las Cartas De Control Interno En Análisis De Aguas</b>	<b>63</b>
Gráficos De Control Interno	64
Objetivos Básicos De Los Gráficos De Control.	65
Estadística	66
Cartas De Control Realizadas En El Laboratorio	68
Conclusiones	72
Glosario	73
Bibliografía	75

## **PRESENTACIÓN**

La misión define lo que somos y la visión lo que deseamos ser, los valores configuran nuestra identidad personal e institucional con el presente y el futuro, así los valores otorgan sentido a vivir, en la medida que los empleemos en nuestra práctica diaria; ellos nos permiten crecer con nuestros semejantes construyendo nuevos comportamientos a través de acciones, las cuales se transforman en hábitos y costumbres en nuestra cultura, por eso el Instituto Nacional de Salud busca siempre mantener en un alto grado los laboratorios que de ellos dependen, sirviendo como laboratorio de referencia y coordinando técnicamente la red nacional de laboratorios de salud pública. Promoviendo y realizando actividades de formación avanzada y capacitando al personal en las áreas científico-técnicas de su competencia.

## **LABORATORIO DE SALUD PÚBLICA**

Según el Decreto 1544 de 1998, el cual reglamenta parcialmente la Ley 09 de 1979, el Laboratorio de Salud Pública, es el establecimiento público encargado de realizar actividades de diagnóstico, referencia, contrarreferencia, control de calidad, capacitación e investigación en apoyo a la vigilancia en salud pública, prevención, control y seguimiento de enfermedades que se adelanta en la atención a las personas y al medio ambiente; análisis, vigilancia y control sanitario de medicamentos, sustancias químicas de riesgo para la salud humana; productos biológicos, bebidas, cosméticos, insumos para la salud y productos varios .

## **ROL DE LOS LABORATORIOS DE BROMATOLOGÍA.**

El gobierno tanto a nivel nacional como departamental y la Industria tienen un rol fundamental que es proteger a los consumidores de adulteraciones, contaminaciones, enfermedades o daños causados por los alimentos. Es necesario considerar la vulnerabilidad de la población, o de diferentes grupos dentro de la población; con el fin de garantizar que el alimento sea apto para el consumo humano. Uno de los cometidos más importantes que la Ley Orgánica Municipal asigna al ejecutivo departamental, por las repercusiones que tiene sobre la salud de la población es el de Policía Higiénico - Sanitaria de los alimentos

por lo que debe entenderse todas las actividades de control y fiscalización y dentro de este marco es a los Laboratorios y/o Servicios de Bromatología y /o de Regulación Alimentaria a quienes corresponde cumplir con dicha función. La garantía de que los alimentos cuando llegan al consumidor sean genuinos es el objetivo primordial a seguir mediante el registro, inspección, control analítico y regulación de los mismos.

La Legislación Alimentaria en nuestro país se encuentra regida por el Reglamento Bromatológico Nacional, y las Ordenanzas Bromatológicas Departamentales. El alcance incluye las directrices para todos los alimentos, sean procesados, semi-procesados o crudos, para su distribución al consumidor o como materia prima. Este enfoca la higiene de alimentos, aditivos alimentarios, residuos de pesticidas, otros contaminantes, etiquetado y presentación, métodos de análisis y parámetros.

Es primordial contar con servicios técnicos, profesionales y equipamientos adecuados con el fin de cumplir con la función de Policía Higiénico – Sanitaria para así garantizar el carácter genuino y la excelencia en la calidad de los alimentos de la población. Los mayores esfuerzos se orientan hacia el desarrollo de métodos de vigilancia, al control de la contaminación alimentaria y a la evaluación cuantitativa de los riesgos químicos y microbiológicos.

## **OBJETIVOS**

### **OBJETIVO GENERAL**

Análisis de parámetros químicos en aguas y alimentos realizados en el laboratorio Departamental de Salud Pública en el Quindío.

### **OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

- ✚ Analizar fisicoquímicamente leches crudas, pasteurizadas y derivados lácteos (quesos y Yogurt).
  
- ✚ Analizar fisicoquímicamente las aguas de consumo, de piscina y envasadas.
  
- ✚ Analizar fisicoquímicamente Sales de consumo humano.
  
- ✚ Analizar fisicoquímicamente las Panelas.
  
- ✚ Estandarizar la metodología para el análisis de Fosfatos en agua, entre concentraciones de 0.2 a 2.5 mg / L de Fosforo.
  
- ✚ Valorar técnica de Dureza Total y Cálctica en análisis de Aguas
  
- ✚ Elaborar las Cartas de control interno en análisis de aguas.

## INTRODUCCIÓN

Desde la antigüedad, la humanidad ha ido estableciendo normas de prevención en la seguridad alimenticia, inicialmente en forma empírica. Luego al aumentar el conocimiento científico y al aplicar técnicas basadas en el estudio sistemático, se han ido aplicando normas de prevención y cuidado de los alimentos, con el propósito de hacerlos seguros para el consumo.

El estudio y control de los alimentos destinados al consumo humano merece mucha importancia y garantiza una adecuada alimentación a la población; ya que de todas las necesidades del hombre el alimento es primordial, influyendo en su salud, física y mental.

El cuidado de los alimentos y la industrialización de los mismos se ha convertido en una ciencia y cada vez más se estudia e investiga la forma de mejorar la calidad, (la higiene, el envasado, la conservación, el almacenamiento, el traslado, etc.). Día a día surgen nuevas técnicas, nuevos tipos de envases, nuevos aditivos, nuevos conservantes, etc, produciendo gran cantidad y diversidad de productos. Esto ha llevado al establecimiento de normas, al desarrollo de métodos y sistemas de control, que aseguren la inocuidad de los mismos, manteniéndose los parámetros de calidad, exigidos hoy en día fundamentalmente por el

consumidor. Los principios generales de higiene se aplican siguiendo la cadena alimenticia desde la producción primaria hasta el consumidor final, estableciéndose las condiciones necesarias para producir alimentos inocuos y aptos para el consumo.



## **PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA**

A lo largo de mis estudios universitarios, la formación química me ha llevado a ser analítico frente a situaciones de la vida, es por eso que en el laboratorio departamental de Salud Pública del Quindío voy a colaborar en la solución de situaciones problemáticas que estén afines con los propósitos de los cuales ellos se encargan. Esto lo lograré aplicando muchos de los conocimientos que he adquirido en mi formación profesional y con la colaboración del personal capacitado en las áreas que al laboratorio le competen, con el fin de adquirir los conocimientos y la experiencia que me ayudaran a continuar el camino como químico dentro de los parámetros y metas que me imponga el futuro.

En el laboratorio se esta llevando un proceso de validación y estandarización en las diferentes técnicas que se realizan para los análisis de aguas y alimentos, con el fin de seguir prestando el excelente servicio por el cual esta conocido este laboratorio como lo demuestran los resultados de control de calidad interlaboratorio en los cuales participan muchas de las pruebas que se realizan y por eso la idea es poder participar con todas las técnicas que sugiere el INVIMA a todos los laboratorios.

## JUSTIFICACIÓN

Debido a las necesidades que presenta el departamento del Quindío en mejorar la calidad y garantizar a la población, la inocuidad de los productos aptos para el consumo humano implementando nuevos parámetros y desarrollando técnicas para dar la total cobertura que el laboratorio debe prestar como ente moderador de la salud pública en el departamento y según las competencias establecidas por el Instituto Nacional de Salud.

Siguiendo el proceso por el cual está pasando el laboratorio se resolvió validar dos técnicas (Dureza Total y Calcio) y realizar una estandarización en la técnica de Fosfatos en aguas dentro de un rango de 0.2 a 2.5 mg / L de Fósforo.

## CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES

ACTIVIDAD	MES 1	MES 2	MES 3	MES 4	MES 5
Capacitación sobre técnicas y análisis fisicoquímicos en el área de bromatología	<b>X</b>	<b>X</b>	<b>X</b>		
Estandarización de la Técnica de Fosfatos para análisis de aguas		<b>X</b>	<b>X</b>	<b>X</b>	
Valoración de Dureza Total y Cálculo en análisis de Aguas				<b>X</b>	<b>X</b>
Elaboración de las Cartas de control interno en análisis de aguas.				<b>X</b>	<b>X</b>
Informe final					<b>X</b>

## **PARTE 1**

# **ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE AGUA Y ALIMENTOS**

## METODOLOGÍA

Los análisis para aguas y alimentos aprobadas por el INVIMA, utilizadas en el laboratorio departamental son métodos ya definidos, que por lo cual se realizarán de acuerdo a las técnicas estipuladas por el Instituto Nacional de Salud.

*Para el análisis de aguas se realizan las siguientes pruebas:*

- ✚ pH.
- ✚ Cloro Residual Libre ( $\text{ClO}^-$ ).
- ✚ Alcalinidad ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ).
- ✚ Dureza Total ( $\text{CaCO}_3$ ).
- ✚ Dureza Calcica ( $\text{CaCO}_3$ ).
- ✚ Cloruros ( $\text{Cl}^-$ ).
- ✚ Sulfatos ( $\text{SO}_4^{=}$ ).
- ✚ Hierro ( $\text{Fe}^{+2}$ ).
- ✚ Fosfatos ( $\text{PO}_4^{=}$ ).

*Para el análisis de leches se realizan las siguientes pruebas:*

- ✚ Determinación de la densidad a 15/15°C con termo lactodensímetro.
- ✚ Acidez.
- ✚ Prueba de la fosfatasa.
- ✚ Prueba de Reductasa.
- ✚ Prueba de Formaldehído o Formol.
- ✚ Prueba de Cloruros.

- ✚ Prueba de Peroxidasas.
- ✚ Prueba de Neutralizantes.
- ✚ Prueba de Peróxidos.
- ✚ Prueba de Harinas.
- ✚ Grasas por el Metodo Gerber.

***Para el análisis de Panelas se realizan las siguientes pruebas:***

- ✚ Determinación de azúcares reductores-glucosa y no reductores-sacarosa.
- ✚ Identificación de blanqueadores derivados del azufre, tales como hiposulfito de sodio e hidrosulfito de sodio.
- ✚ Presencia de colorantes artificiales.

***Para el análisis de Sales se realizan las siguientes pruebas:***

- ✚ Contenido de Fluoruro,
- ✚ Contenido de Yoduro
- ✚ Contenido de Yodato.

## CONCLUSIONES

- El procedimiento de estas técnicas son más que un diagrama de flujo, para todos los métodos se necesitaba de conocimiento lógico ya que algunas veces las reacciones no eran como se esperaban.
- En todas las pruebas realizadas se necesito de preparación de reactivos, los cuales necesitaban de mucho cuidado al prepararse, gracias a mi participación acá pude preparar y puedo preparar cualquier tipo de reactivo utilizado en los análisis fisicoquímicos que se realizan en el Laboratorio Departamental.
- Siguiendo el manual establecido en el laboratorio y con la ayuda del personal capacitado en el área que me correspondió, adquirí el conocimiento suficiente para resolver las diferentes situaciones inherentes al trabajo.

## **PARTE 2**

# **ESTANDARIZACIÓN DE LA TÉCNICA DE FOSFATOS PARA ANÁLISIS DE AGUA**



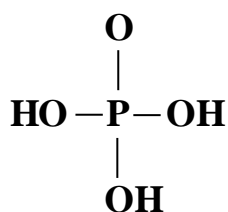
## OBJETIVO

Estandarizar la metodología para el análisis de Fosfatos en agua, entre concentraciones de 0.2 a 2.5 mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup>/L

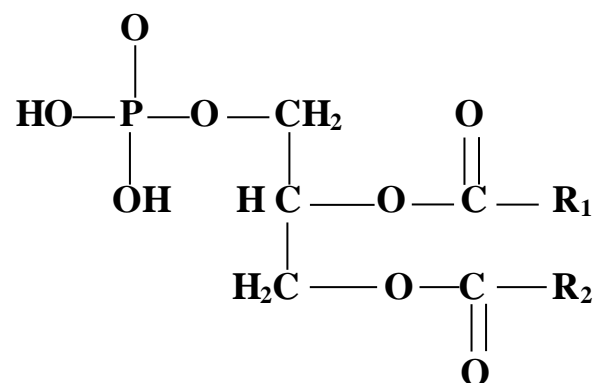
## MEDICIONES DE FÓSFORO

### Aspectos Teóricos

El fósforo puede existir en aguas naturales y residuales, casi exclusivamente bajo forma de fosfatos (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> Ortofosfórico, HPO<sub>3</sub> Metafosfórico y H<sub>4</sub>P<sub>2</sub>O<sub>7</sub> Pirofosfórico) siendo el más importante el ortofosfato. Todas las demás formas de fosfato se convierten a ortofosfato por calentamiento. Algunas veces, aunque con menor frecuencia y en menor concentración, el fósforo puede estar presente en el agua bajo la forma de estructuras orgánicas, tales como fosfolípidos y fragmentos de cadenas peptídicas.



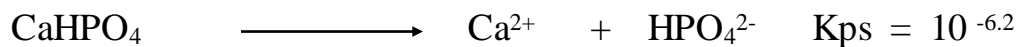
**Acido Fosfórico**



**Acido Fosfátidico**

Debido a que en la mayoría de los cuerpos de agua existen cantidades relativamente altas de iones calcio y magnesio y a que los fosfatos de dichos elementos son altamente

insolubles, la concentración de fósforo bajo la forma de ortofosfato en aguas naturales es relativamente baja y, en general, rara vez excede de los 10 ppm. Los lodos y sedimentos, en donde se acumulan los fosfatos precipitados, suelen contener cantidades mucho mayores a las que pueden encontrarse en la fase acuosa.



El fósforo inorgánico en el agua proviene de diversas fuentes: de algunos procesos de tratamiento de aguas que utilizan pequeñas cantidades de fosfatos condensados como agentes floculantes; de los procesos de lavado con detergentes tanto, a nivel industrial como a nivel doméstico; de las aguas residuales de los procesos agrícolas, en donde los ortofosfatos constituyen uno de los principales productos fertilizantes, entre otros.

A su vez, el fósforo orgánico deriva fundamentalmente de la descomposición de la materia orgánica, abundante en las aguas residuales domésticas, en las aguas residuales agroindustriales (porquerizas, criaderos, plantas de sacrificio, etc.) y en algunas industrias alimenticias. Pese a ello, la principal fuente de fósforo en el agua deriva de las aguas residuales agrícolas y del uso de detergentes en el lavado doméstico.

# METODOS DE ESTANDARIZACIÓN

## Fundamentos Y Aplicabilidad

La Química Analítica diferencia entre que es calibración y estandarización. La calibración es el proceso que permite confirmar que la señal medida por un instrumento es correcta. La estandarización es el proceso por el que se determina experimentalmente la relación entre la señal y la cantidad de analito.

En los métodos de análisis total, la estandarización suele definirse por estequiometría de las reacciones químicas responsables de la señal. Sin embargo, en los métodos de concentración la relación entre señal y la concentración del analito es una función que no puede calcularse sin métodos experimentales.

Para estandarizar un método se determina el valor de  $k$  ( $k = S_{ref}/C_s$ ), siendo  $S_{ref}$  la señal y  $C_s$  la concentración conocida del analito; midiendo la señal de una o más referencias, para cada una de las cuales contiene una cantidad conocida de analito.

La estandarización externa de varios puntos se logra construyendo una curva de calibración. Cuando la curva de calibración es lineal, es la pendiente de la línea la que nos da el valor de  $k$ . Esta es la estimación más deseable, ya que la sensibilidad del método permanece constante para todo el rango de concentraciones del patrón. Cuando la curva de calibración no es lineal la sensibilidad del método depende de la concentración del analito. El valor de  $k$  en cualquier punto a lo largo de la curva de calibración viene dado por la

pendiente de ese punto. En todo caso, la curva de calibración proporciona un medio para relacionar un punto dado de la muestra con la concentración de analito.

***Los estándares químico-analíticos deben cumplir una serie de requisitos:***

- El patrón o estándar debe ser idóneo para el fin perseguido, es decir, para que su empleo consiga el objetivo metroológico previsto. Así, la pureza del mismo ha de ser elevada y con la menor incertidumbre posible.
- Debe existir una amplia variedad de estándares de medida analíticos para cubrir todas las necesidades del proceso analítico.
- El material de referencia ha de presentar una documentación explícita que indique su forma de empleo y conservación.
- Los estándares deben ser asequibles económicamente. Los precios son elevados debido a que previamente han sido tratados con productos de Química Fina certificada y un trabajo previo amplio y riguroso.
- La exactitud y la incertidumbre han de estar bien establecidas y certificadas respecto a los parámetros numéricos (magnitudes) que los habilitan para su empleo.
- Sus características no deben variar ni con el tiempo ni con el manejo.

- La homogeneidad de los patrones ha de ser garantizada.
- Los estándares han de ser fáciles de preparar y su uso y conservación ha de implicar tareas sencillas.
- Ha de poder establecerse un vínculo de trazabilidad entre los patrones analíticos primarios (sustancias estables y homogéneas con propiedades bien establecidas) y los patrones analíticos secundarios (sustancias con propiedades no adecuadas para ser utilizadas directamente como estándares analíticos, y se usan porque el primario no existe o no es inasequible o caro).
- Una vez preparados y contrastados deben poseer una estabilidad bien establecida.
- Los patrones o estándares de medida químico-analíticos tienen como función principal ser las referencias de las medidas (comparación) implícitas en los procesos de medidas químicas.

Los métodos de estandarización pueden dividirse en dos tipos: los que utilizan estándares externos y los que utilizan estándares añadidos a la muestra (por ahora podemos denominarlos internos). La estandarización externa es la más utilizada. Ésta utiliza uno o varios patrones externos que contienen concentraciones conocidas de analito. Se denominan así porque se separan y analizan separadamente de las muestras.

Para la estandarización de esta técnica se tuvo en cuenta una serie de requerimientos mínimos para que los resultados sean los esperados y al final poder conocer todos los factores que influyen en una estandarización de este tipo.

## **MÉTODO**

### **Método Del Acido Vanadamolibdofosforico**

#### **Principio:**

Las soluciones diluidas de ortofosfato reaccionan con el molibdato de amonio, bajo condiciones acidas, para formar acido molibdico-fosforico. Este acido, en presencia de ion vanadato ( $\text{VO}_3^-$ ), forma el *acido vanado-molibdo fosforito*, un compuesto cuya coloración es amarilla y al reaccionar con el cloruro estañoso presenta un color azul rey el cual puede ser medida en un espectrofotómetro a una longitud de onda de 650 nm.

Interfieren en la medida el exceso de molibdato.

El método utilizado se basa en la técnica instrumental establecida por el Instituto Nacional de Salud, revisado y comparado con el Standard Methods.

## ANALITO

Solución Madre de Fosfato

## REQUERIMIENTOS MÍNIMOS

1. El analista debe ser el mismo en todos los análisis.
2. Los reactivos utilizados deben ser preparados antes de empezar a estandarizar.
3. El tiempo de lectura debe ser muy estricto.

## MATERIALES Y EQUIPOS

- Vitrina con campana de extracción.
- Espectrofotometro UV-Visible
- Celdas fotometricas
- 10 Balones aforados de 100 mL. (preferiblemente de uso exclusivo).
- Matraces aforados de 100 y 200 mL (preferiblemente de uso exclusivo)
- Pipetas graduadas y aforadas de 1, 2, 5 y 10 mL (preferiblemente de uso exclusivo).
- Frasco lavador.

## REACTIVOS

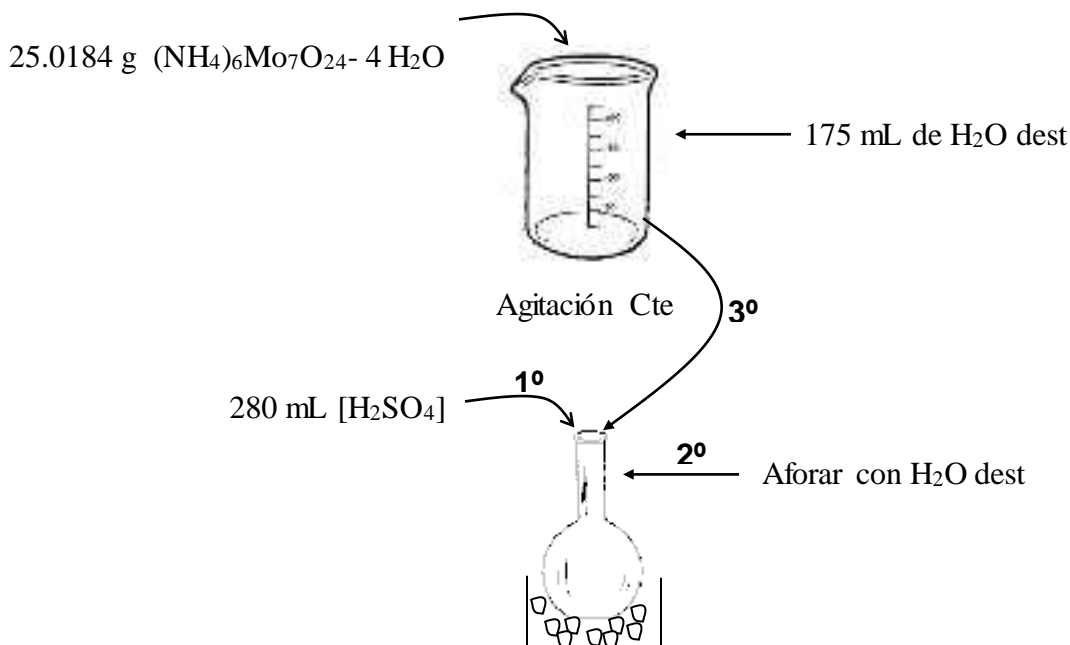
- MOLIBDATO DE AMONIO  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$
- CLORURO ESTAÑOSO  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
- FENOLFTALEINA
- ACIDO CLORHÍDRICO CONCENTRADO  $[\text{HCl}]$

- ACIDO SULFÚRICO CONCENTRADO [H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>]
- ACIDO NÍTRICO CONCENTRADO [HNO<sub>3</sub>]
- SOLUCIÓN ESTÁNDAR DE FOSFATO

## PREPARACIÓN DE REACTIVOS

### 1. MOLIBDATO DE AMONIO (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4 H<sub>2</sub>O

Se agregaron 25.0184 g de molibdato de amonio en 175 mL de H<sub>2</sub>O destilada y se pone en agitación hasta completa disolución. Aparte en un balón aforado de 1 litro se agregan 280 mL de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentrado y 400 mL de H<sub>2</sub>O destilada ( Tener cuidado con la adición de agua) en un baño con hielo y agregarle la solución de molibdato de amonio antes preparada, terminar de aforar con H<sub>2</sub>O destilada, envasar en un frasco ámbar para proteger de la luz. La estabilidad de este reactivo es de casi 5 meses.<sup>1</sup>



*Dibujo 1.*  
*Preparación Sln Molibdato de Amonio*



## 2. CLORURO ESTAÑOSO $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

Se pesaron 2.4985 g de  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  y se agregan a 100 mL de glicerol en un vaso de precipitado de 250 mL en un baño de maría hasta total disolución del cloruro estañoso, después se envasa en un frasco y se almacena en su lugar correspondiente. La estabilidad de este reactivo es casi de 3 meses.<sup>1</sup>



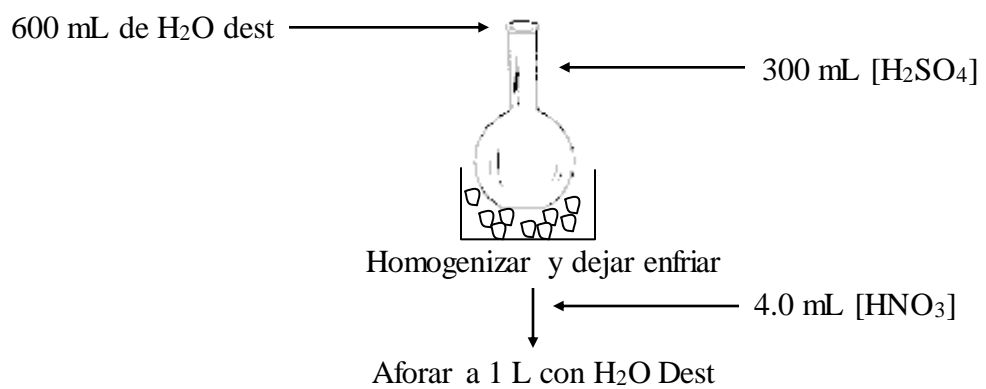
*Dibujo 2.*  
*Preparación de Cloruro Estañoso*

## 3. FENOLFTALEINA

Se tiene una solución de fenolftaleina utilizada para valoraciones analíticas

## 4. SOLUCIÓN ACIDA FUERTE

Esta solución es preparada directamente en un balón de 1000 mL y en baño de hielo agregándose 600 mL de  $\text{H}_2\text{O}$  destilada, 300 mL  $\text{H}_2\text{SO}_4$  Concentrado, homogenizando y dejando enfriar (tener cuidado con la reacción), luego se adicionan 4.0 mL de  $\text{HNO}_3$  Concentrado y se afora con  $\text{H}_2\text{O}$  destilada. Se almacena en frasco respectivo y la solución permanecerá estable por mucho tiempo.

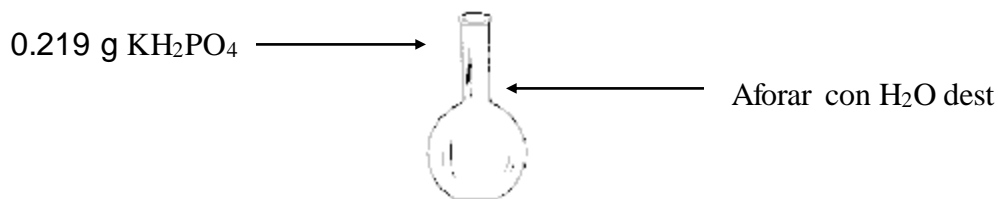


***Dibujo 3.***  
***Preparación Sln Acida Fuerte***

## PROCEDIMIENTO “TECNICA”

### 1. PREPARACIÓN DE LA SOLUCIÓN MADRE DE FOSFATO ( 1mL = 0.05mg )

Se pesaron 0.219g de Fosfato de Potasio ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), se disolvió en agua destilada y se completo a 1 L



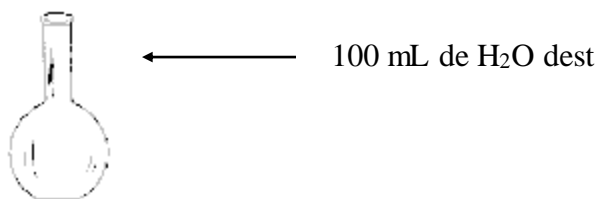
Solución Madre 1 mL = 0.05 mg

*Dibujo 4.*  
*Preparación Sln Madre de Fosfato*

### 2. REALIZACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN

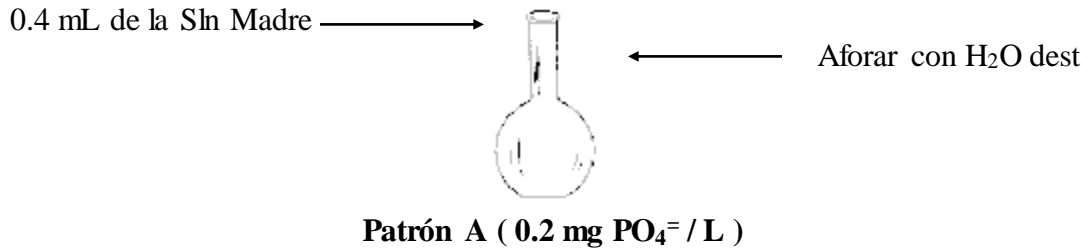
Se prepararon 5 patrones a partir de la solución madre y se tiene en cuenta una solución mas como blanco de reactivos, las adiciones fueron de la siguiente manera:

**Bk ( 0.0 mg  $\text{PO}_4^- / \text{L}$  ):** Se tomaron 100 mL de Agua Destilada en balón aforado

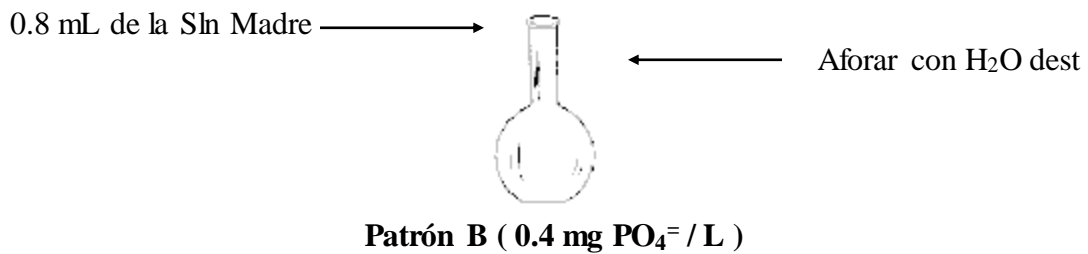


**Bk ( 0.0 mg  $\text{PO}_4^- / \text{L}$  )**

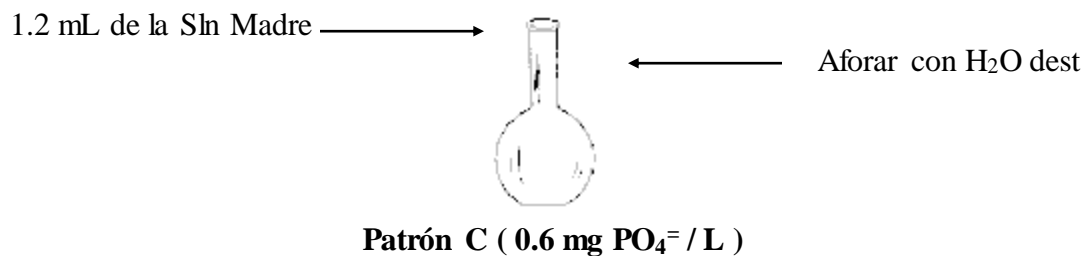
**Patrón A ( 0.2 mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup> / L ):** Se tomaron 0.4 mL de la Sln Madre y se llevaron a 100 mL en balón aforado



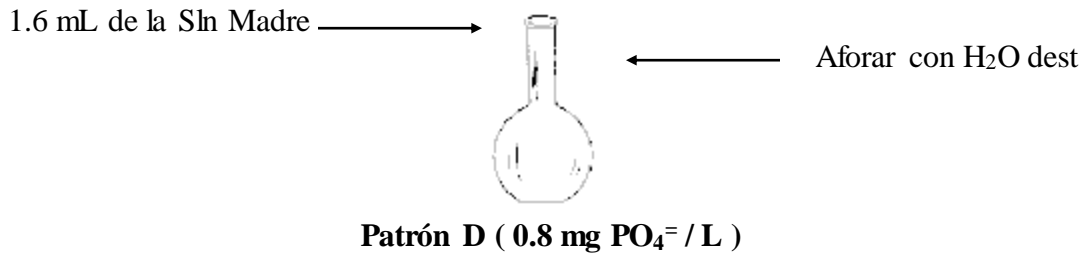
**Patrón B ( 0.4 mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup> / L ):** Se tomaron 0.8 mL de la Sln Madre y se llevaron a 100 mL en balón aforado



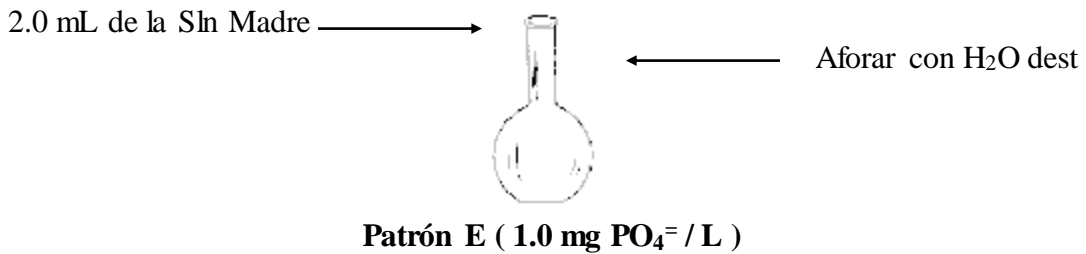
**Patrón C ( 0.6 mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup> / L ):** Se tomaron 1.2 mL de la Sln Madre y se llevaron a 100 mL en balón aforado



**Patrón D ( 0.8 mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup> / L ):** Se tomaron 1.6 mL de la Sln Madre y se llevaron a 100 mL en balón aforado



**Patrón E ( 1.0 mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup> / L ):** Se tomaron 2.0 mL de la Sln Madre y se llevaron a 100 mL en balón aforado



**Nota:**

Se realizaron los patrones de igual forma con concentración de 1.5, 2.0 y 2.5 mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup> / L

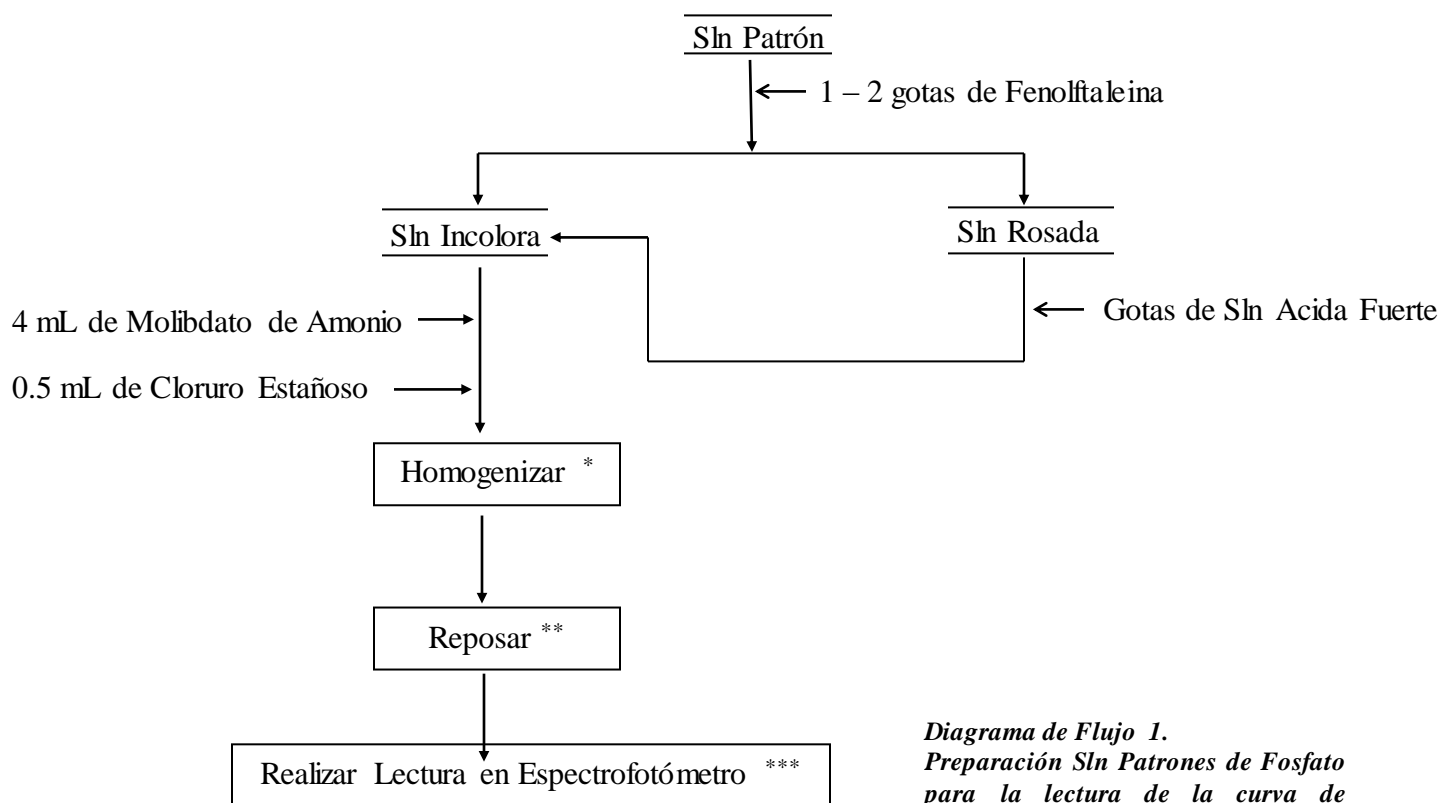
**TABLA DE RESUMEN**

Concentración en mg PO <sub>4</sub> <sup>=</sup> / L	Volumen Sln Madre mL
0	0
0.2	0.4
0.4	0.8
0.6	1.2
0.8	1.6
1.0	2.0
1.5	3.0
2.0	4.0
2.5	5.0

*Tabla 1. Preparación de Slns Patrón de Fosfato*

### 3. ADICIÓN DE REACTIVOS PARA DESARROLLO DE COLOR

El siguiente diagrama de flujo muestra la forma de como se adicionan los reactivos para la obtener un desarrollo optimo de color.



*Diagrama de Flujo 1.  
Preparación Sln Patrones de Fosfato  
para la lectura de la curva de  
calibración.*

- \* Al agregarse el cloruro estañoso la sln cambia de incolora a un azul rey por esto se debe homogenizar hasta observar algo de color.
- \*\* Se deja en reposo entre 10 y 12 min para obtener un desarrollo optimo de color, este color es dependiente de la concentración de la sln patrón.
- \*\*\* La lectura se hace en el Espectrofotómetro UV-Visible a una longitud de onda de 650 nm (máxima absorción establecida por la técnica) y se realiza la correspondiente curva de calibración.

**Nota:** La Solución nombrada como Bk es tomada como una sln patrón, así que se realiza el mismo procedimiento antes descrito.

## RESULTADOS OBTENIDOS EN LA ESTANDARIZACIÓN

### LINEALIDAD DEL MÉTODO

En esta parte de la estandarización lo que necesitamos es conocer el comportamiento del método a través del tiempo y hasta que punto su comportamiento es lineal, lo cual para nosotros sería el rango en donde con total seguridad podemos identificar concentraciones de fosfatos en nuestras muestras, si existen concentraciones mayores a las utilizadas en esta linealidad no podríamos reportarlas con seguridad puesto que no conocemos el comportamiento de la curva a concentraciones mayores de 2.5 ppm de fosfatos. En este caso trabajé con 6 ensayos en 3 días diferentes (Series) para obtener la media representativa que se confrontara con los valores teóricos correspondientes.

ENSAYO No	Vol (mL) PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> 1mL=0.05mg PO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	% TRANSMITANCIA				ABSORBANCIA				mg PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> - EXPERIMENTAL				mg PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> /L
		SERIE I	SERIE II	SERIE III	MEDIA	SERIE I	SERIE II	SERIE III	MEDIA	SERIE I	SERIE II	SERIE III	MEDIA	TEORICA
1	0,20	83,0	84,8	84,1	<b>84,0</b>	0,081	0,072	0,075	<b>0,076</b>	0,115	0,102	0,107	<b>0,108</b>	<b>0,100</b>
2	0,40	74,9	69,1	72,3	<b>72,1</b>	0,126	0,161	0,141	<b>0,142</b>	0,179	0,228	0,200	<b>0,202</b>	<b>0,200</b>
3	0,80	50,9	52,8	51,0	<b>51,6</b>	0,293	0,277	0,292	<b>0,288</b>	0,417	0,395	0,416	<b>0,409</b>	<b>0,400</b>
4	1,20	37,8	37,9	37,8	<b>37,8</b>	0,423	0,421	0,423	<b>0,422</b>	0,601	0,600	0,601	<b>0,601</b>	<b>0,600</b>
5	1,60	27,3	27,1	27,1	<b>27,2</b>	0,564	0,567	0,567	<b>0,566</b>	0,802	0,807	0,807	<b>0,805</b>	<b>0,800</b>
6	2,00	17,9	18,2	18,0	<b>18,0</b>	0,747	0,740	0,745	<b>0,744</b>	1,063	1,053	1,060	<b>1,059</b>	<b>1,000</b>
7	3,00	8,9	8,8	8,9	<b>8,9</b>	1,051	1,056	1,051	<b>1,052</b>	1,495	1,502	1,495	<b>1,497</b>	<b>1,500</b>
8	4,00	4,0	3,5	3,5	<b>3,7</b>	1,398	1,456	1,456	<b>1,437</b>	1,989	2,072	2,072	<b>2,044</b>	<b>2,000</b>
9	5,00	1,8	1,7	1,9	<b>1,8</b>	1,745	1,770	1,721	<b>1,745</b>	2,483	2,518	2,449	<b>2,483</b>	<b>2,500</b>
PENDIENTE ( m )		1,422												
INTERCEPTO ( b )		-0,011												
C.CORRELACION ( r )		0,999												

**Tabla 2.**

*Datos arrojados por el Espectrofotómetro.*

Ahora necesitamos hallar la concentración corregida utilizada en el método, en este caso sería la concentración real que estamos midiendo, para hallarla utilizamos una fórmula logarítmica expresada así:

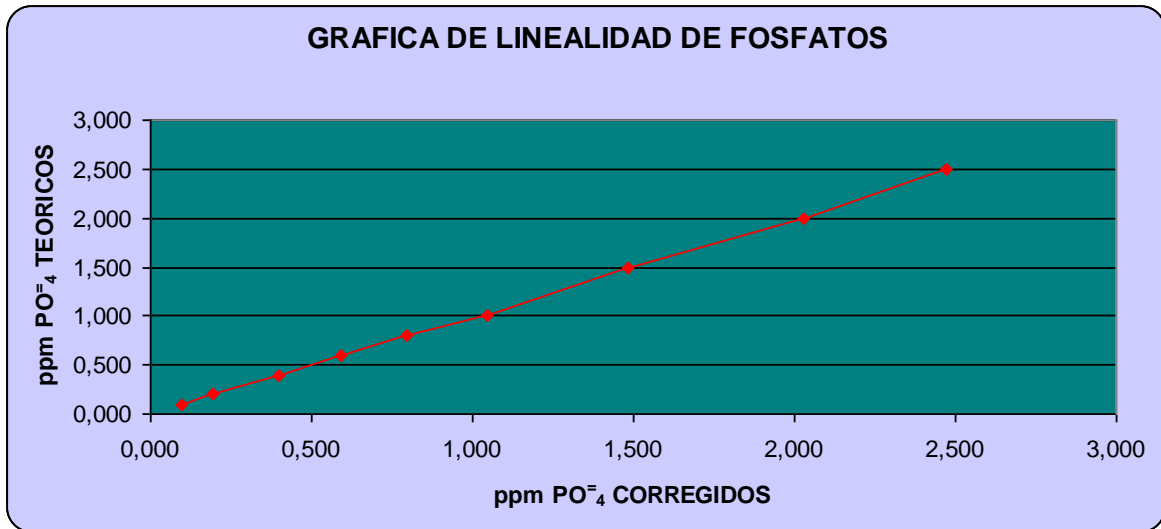
$$C_{\text{corregida}} = m \times \text{LOG} ( 100 / \%T ) + b$$

Donde b y m son sacados de la tabla 2.

LINEALIDAD FOSFATOS

ENSAYO	Vol (mL) PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup>	% TRANSMITANCIA				ABSORBANCIA				mg PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup> - EXPERIMENTAL				mg PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup> /L	mg PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup> /L	
		No	1mL=0.05mg PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup>	SERIE I	SERIE II	SERIE III	MEDIA	SERIE I	SERIE II	SERIE III	MEDIA	SERIE I	SERIE II	SERIE III	MEDIA	TEORICA
															Y	X
1	0,20	83,0	84,8	84,1	<b>84,0</b>	0,081	0,072	0,075	<b>0,076</b>	0,115	0,102	0,107	<b>0,108</b>	<b>0,100</b>	<b>0,097</b>	
2	0,40	74,9	69,1	72,3	<b>72,1</b>	0,126	0,161	0,141	<b>0,142</b>	0,179	0,228	0,200	<b>0,202</b>	<b>0,200</b>	<b>0,191</b>	
3	0,80	50,9	52,8	51,0	<b>51,6</b>	0,293	0,277	0,292	<b>0,288</b>	0,417	0,395	0,416	<b>0,409</b>	<b>0,400</b>	<b>0,398</b>	
4	1,20	37,8	37,9	37,8	<b>37,8</b>	0,423	0,421	0,423	<b>0,422</b>	0,601	0,600	0,601	<b>0,601</b>	<b>0,600</b>	<b>0,589</b>	
5	1,60	27,3	27,1	27,1	<b>27,2</b>	0,564	0,567	0,567	<b>0,566</b>	0,802	0,807	0,807	<b>0,805</b>	<b>0,800</b>	<b>0,793</b>	
6	2,00	17,9	18,2	18,0	<b>18,0</b>	0,747	0,740	0,745	<b>0,744</b>	1,063	1,053	1,060	<b>1,059</b>	<b>1,000</b>	<b>1,046</b>	
7	3,00	8,9	8,8	8,9	<b>8,9</b>	1,051	1,056	1,051	<b>1,052</b>	1,495	1,502	1,495	<b>1,497</b>	<b>1,500</b>	<b>1,485</b>	
8	4,00	4,0	3,5	3,5	<b>3,7</b>	1,398	1,456	1,456	<b>1,437</b>	1,989	2,072	2,072	<b>2,044</b>	<b>2,000</b>	<b>2,030</b>	
9	5,00	1,8	1,7	1,9	<b>1,8</b>	1,745	1,770	1,721	<b>1,745</b>	2,483	2,518	2,449	<b>2,483</b>	<b>2,500</b>	<b>2,469</b>	

Tabla 3.  
Linealidad de Fosfatos.



Grafica 1.  
Linealidad de Fosfatos



## PORCENTAJE DE RECUPERACION

El porcentaje de recuperación lo medimos con el fin de observar si la técnica es lo suficientemente buena a la hora de hacer los análisis, teniendo en cuenta las concentraciones que realmente estamos midiendo sobre la concentración teórica o adicionada. La formula utilizada fue la siguiente:

$$\% \text{ RECUPERACIÓN} = (\text{mg recuperados} / \text{mg adicionados}) \times 100$$

Donde,

mg Recuperados = Concentración corregida

mg Adicionados = Concentración Teórica.

Los resultados obtenidos fueron los siguientes:

ENSAYO	mg PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> /L	mg PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> /L	% RECUPERACION
No	TEORICA	CORREGIDA	
1	0,100	0,097	96,68
2	0,200	0,191	95,37
3	0,400	0,398	99,42
4	0,600	0,589	98,15
5	0,800	0,793	99,17
6	1,000	1,046	104,64
7	1,500	1,485	98,98
8	2,000	2,030	101,50
9	2,500	2,469	98,77
			99,19

*Tabla 4.*  
*Porcentaje de Recuperación.*

El porcentaje obtenido 99.19 % nos da una seguridad en nuestra técnica muy buena confiándonos mucho en los resultados que obtenemos.

## LIMITE DE DETECCIÓN

El límite de detección es la cantidad mínima detectable, más no necesariamente cuantificable, es decir, es la mínima cantidad cuya respuesta es claramente diferenciable de la respuesta del blanco. Generalmente se acepta como límite de detección a la concentración cuya respuesta es igual o superior, a tres veces la respuesta del blanco o señal de fondo. En este caso hicimos 10 ensayos en 10 días diferentes para observar cual era el límite de detección con respecto al blanco.

Los resultados obtenidos se muestran en la siguiente tabla:

Ensayo	Vol H <sub>2</sub> O Dest	% TRANSMITANCIA		mg PO <sub>4</sub> <sup>-</sup> / L		
		I	II	I	II	
1	100 mL	96,6	96,8	0,0054	0,0041	
2	100 mL	97,3	97,1	0,0009	0,0022	
3	100 mL	95,7	96	0,0112	0,0093	
4	100 mL	96,1	96,5	0,0086	0,0060	
5	100 mL	97,8	97,8	-0,0022	-0,0022	
6	100 mL	96,3	96,2	0,0073	0,0080	
7	100 mL	96,6	97	0,0054	0,0029	
8	100 mL	97,2	97,5	0,0016	-0,0003	
9	100 mL	96,8	97,2	0,0041	0,0016	
10	100 mL	97,1	96,8	0,0022	0,0041	
<b>MEDIA</b>				0,0045	0,0036	0,0040
<b>Sn</b>				0,0040	0,0035	0,0038

<b>DESVIACION ESTANDAR MEDIA</b>
Sn 0,0037655

<b>PRIMER LIMITE DE DETECCION</b>
( LD ) = Media + 3 x Sn 0,015

<b>SEGUNDO LIMITE DE DETECCION</b>
( LD ) = 4,65 x Sn 0,018

<b>LIMITE DE DETECCION PROMEDIO</b>
( LD MEDIA ) = 0,016

**Tabla 5.**  
**Limite de Detección.**

Hay que tener en cuenta que el blanco fue tratado como una muestra mas, es decir, se le adicionaron los reactivos de coloración igual que cualquier muestra.

## REPETIBILIDAD

Para tener una buena repetibilidad los datos deben de ser obtenidos en las mismas condiciones (mismo laboratorio, material, mismo operario), así se obtiene datos parecidos, con poca dispersión.

En este caso para la repetibilidad de la técnica es necesario analizar una serie de muestras con una concentración conocida y constante, para que podamos observar cual es nuestra precisión y exactitud.

En este caso realice 25 replicas con una concentración patrón de 0.20 ppm de fosfatos. Los resultados obtenidos se muestran en la siguiente tabla:

<b>Muestra patrón de 0,20 mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup> / L</b>				
<b>Ensayo</b>	<b>% Transmitancia</b>	<b>ABS</b>	<b>mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup> / L</b>	<b>mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup> / L Corregida</b>
Bk	100	0	0	-0,01
1	68	0,167	0,24	0,23
2	67,5	0,171	0,24	0,23
3	67,3	0,172	0,24	0,23
4	67,9	0,168	0,24	0,23
5	68,1	0,167	0,24	0,23
6	67,6	0,170	0,24	0,23
7	66,8	0,175	0,25	0,24
8	68,4	0,165	0,23	0,22
9	67,1	0,173	0,25	0,24
10	66,7	0,176	0,25	0,24
11	67,6	0,170	0,24	0,23
12	67,1	0,173	0,25	0,24
13	66,7	0,176	0,25	0,24
14	67,6	0,170	0,24	0,23
15	67,9	0,168	0,24	0,23
16	67,8	0,169	0,24	0,23
17	67,5	0,171	0,24	0,23
18	68,3	0,166	0,24	0,22
19	68	0,167	0,24	0,23
20	67,9	0,168	0,24	0,23
21	67,6	0,170	0,24	0,23
22	66,8	0,175	0,25	0,24
23	66,3	0,178	0,25	0,24
24	66,5	0,177	0,25	0,24
25	68	0,167	0,24	0,23
		<b>MEDIA</b>	<b>0,23</b>	<b>0,22</b>

**Tabla 6. Repetibilidad**

<b>DESVIACION ESTANDAR</b>	
Sn	0,048

<b>COEFICIENTE DE VARIACION</b>	
(Sn/MEDIA) x 100	21,555

<b>% PRECISION</b>	
( 100 - Coeficiente de Variacion )	78,445

<b>INEXACTITUD</b>	
( (Ct - Cc) / Ct ) x 100	10%

Ct = Concentracion teorica = 0,2 ppm de PO<sub>4</sub><sup>=</sup>

Cc = Concentracion Corregida = 0,22 ppm de PO<sub>4</sub><sup>=</sup>

<b>EXACTITUD</b>	
100 - INEXACTITUD	90%

Esta prueba nos dice que hemos trabajado con una exactitud de 90% y con un error relativo del -10 %, lo cual no es muy bueno puesto que en métodos analíticos se trabaja con una exactitud mínima del 95 % o con un error relativo del -5 %. Esto es por el tiempo utilizado en la técnica ya que este es muy estricto y algunas veces la coloración en la muestra se va perdiendo.

## REPRODUCIBILIDAD

La reproducibilidad muestra el grado de precisión de las mediciones en un determinado conjunto de ensayos realizados en días diferentes, a diferencia de mediciones simples como masa y volumen en donde la precisión se halla impresa en el instrumento de medida y es por lo tanto una característica del instrumento, limitada solo por el nivel tecnológico empleado en su fabricación, acá por ser mediciones indirectas se expresan en términos de las desviaciones estándar de los resultados.

Para esta prueba se realizaron 15 ensayos en 15 días diferentes con una muestra patrón de 0.3 mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup>/L. Los resultados obtenidos se muestran en la siguiente tabla:

Ensayo DIA	% Transmitancia		% Transmitancia Media	mg PO <sub>4</sub> <sup>=</sup>	mg PO <sub>4</sub> <sup>=</sup> Corregida
	I	II			
1	62,5	62,3	62,40	0,29	0,28
2	61,4	61,3	61,35	0,30	0,29
3	60,8	60,6	60,70	0,31	0,30
4	59,5	60,2	59,85	0,32	0,31
5	59,6	62,3	60,95	0,32	0,29
6	59,8	59,6	59,70	0,32	0,31
7	61,5	61,2	61,35	0,30	0,29
8	60,8	61,1	60,95	0,31	0,29
9	59,9	61	60,45	0,32	0,30
10	61	58,6	59,80	0,31	0,31
11	60,5	56	58,25	0,31	0,32
12	59	59	59,00	0,33	0,31
13	59,2	59,7	59,45	0,32	0,31
14	61,8	60,6	61,20	0,30	0,29
15	60,1	57,9	59,00	0,31	0,31
<b>MEDIA</b>				0,31	0,301

Tabla 7. Reproducibilidad

<b>DESVIACION ESTANDAR</b> Sn	0,011
----------------------------------	-------

<b>COEFICIENTE DE VARIACION</b> (Sn/MEDIA) x 100	3,810
---	-------

<b>% PRECISION</b>	96,190
--------------------	--------

<b>VARIANZA TOTAL</b>	0,00013178
-----------------------	------------

<b>INEXACTITUD</b> ((Ct - Cc) / Ct) x 100 =	0.33 %
--	--------

<b>EXACTITUD</b> 100 - INEXACTITUD	99.66 %
---------------------------------------	---------

En esta prueba observamos que se está trabajando con una exactitud del 99.66% lo que equivale a un buen análisis, dentro de los parámetros establecidos.

## SENSIBILIDAD

La sensibilidad es el cambio en la respuesta con respecto al cambio en la concentración, ( $\Delta R / \Delta C$ ), la sensibilidad del método esta dada por la pendiente de la curva de calibración en este caso la Absorbancia vs concentración. Al igual que el rango, la sensibilidad de un método analítico tiene una aplicación limitada debido a que es fácilmente manejable alterando algunas de las variables de medición.

En este caso medimos la sensibilidad del método utilizando una formula donde nos involucra la lectura mínima del equipo en nuestra técnica, la pendiente de la linealidad y el volumen de muestra a analizar; la formula es la siguiente:

$$\text{Sensibilidad} = (V_m \times d) / m$$

Donde,

Mínima Lectura del equipo	$d = 0,02 \text{ mg PO}_4/\text{L}$
Pendiente de la Linealidad	$m = 1,422$
Volumen de Muestra a Analizar	$V_m = 0,1 \text{ L}$

$$\text{Sensibilidad} = (0,1 \times 0,02) / 1,422$$

$$\text{Sensibilidad} = 0,00140 \text{ mg PO}_4/\text{L}$$

La sensibilidad para este método en el espectrofotómetro utilizado es de  $0.00140 \text{ mg PO}_4/\text{L}$

## CONCLUSIONES

- Determinamos la exactitud según el estudio de linealidad, para ello ensayamos una curva estándar desde 0 – 2.5 mg PO<sub>4</sub><sup>=</sup>/L, establecimos el rango de concentraciones en el cual la curva se comportaba linealmente y, por ende, existía una relación proporcional entre la concentración del analito y la señal medida.
- Gracias a este trabajo ahora en el laboratorio podemos empezar a participar en controles ínter laboratorios de calidad el cual no se hacía antes en la técnica de Fosfatos en aguas.
- La buena manipulación de los equipos (en este caso el espectrofotómetro) y el conocimiento que se tenga de ellos pueden afectar los resultados en la estandarización a la que nos referimos, por eso fue primordial dicho conocimiento para la obtención de resultados favorables.

## **PARTE 3**

# **VALIDACIÓN TÉCNICA DE DUREZA TOTAL Y CÁLCICA EN ANÁLISIS DE AGUAS**



## VALIDACIÓN DE TÉCNICA DE DUREZA CALCICA

Para la validación de esta técnica, primero que todo se tomó de una misma fuente la cantidad de agua suficiente para poder realizar el trabajo, con el fin de tener 6 lotes en 6 días diferentes. Estos lotes deben de estar codificados hasta el último día por una persona encargada, en este caso la doctora Luceneth.

### Los pasos a seguir son:

1. se va a asignar una concentración máxima la cual nos va a servir para realizar las concentraciones de las soluciones estándares y de las adiciones. Se llamara  $C_{max}$  y es de 200 ppm.
2. Antes de preparar las soluciones para la validación tenemos que conocer la concentración a la cual se encuentra nuestra *agua analítica*, para ello valoramos la muestra y encontramos la concentración de Calcio en el agua y a esta concentración la llamaremos  $M$ .
3. Se prepararan dos soluciones estándares que se llamaran 0.9C y 0.09C las cuales se prepararan de una solución madre de  $CaCO_3$  de 1000 ppm
4. Se prepararan dos soluciones mas las cuales serán adiciones y se llamaran A1 y A2 y se preparan de la siguiente forma:

$$A1 = 0.4C - 23, \text{ Entonces}$$

$$A1 \text{ (ppm)} = 80 - 23$$

$$A1 \text{ (ppm)} = 57$$

Para la adición número dos será:

$$A2 = 0.7C - 23, \text{ Entonces}$$

$$A2 \text{ (ppm)} = 140 - 23$$

$$A2 \text{ (ppm)} = 117$$

5. Antes de empezar a codificar tomamos 2 soluciones a las cuales llamaremos Bk ya que van a ser nuestros blancos de reactivos y se preparan solo con Agua Destilada.

6. Luego de tener las soluciones preparadas seguimos con la parte de codificación realizada por la doctora Luceneth
7. Se le realizan a todas las soluciones la prueba para determinar la concentración de calcio en agua de consumo humano.
8. Después del 6° lote se prosigue a decodificar.
9. Se introducen los datos en el programa de Validación, el cual es suministrado por la Seccional de salud. Este programa nos indica si el método es aceptado o no de acuerdo a sus porcentajes de recuperación, dándonos otros resultados como su precisión, exactitud y análisis de varianza entre otros.
10. Después de que el programa nos dice si el método es aceptado reportaremos los resultados en el manual de laboratorio.

**TABLA DE CONCENTRACIONES DE LAS SOLUCIONES A PREPARAR**

<b>C<sub>max</sub> 200 mg/L CaCO<sub>3</sub></b>	<b>Concentración</b>	<b>mL sln CaCO<sub>3</sub> 1000 ppm</b>	<b>mL H<sub>2</sub>O Dest</b>	<b>mL H<sub>2</sub>O Analítica</b>
0.9C	180 mg/L CaCO <sub>3</sub>	18 mL	82 mL	
0.09C	18 mg/L CaCO <sub>3</sub>	1.8 mL	99.2 mL	
M1	23 mg/L CaCO <sub>3</sub>	0 mL		100 mL
M2	23 mg/L CaCO <sub>3</sub>	0 mL		100 mL
A1	57 mg/L CaCO <sub>3</sub>	5.7 mL		94.3 mL
A2	117 mg/L CaCO <sub>3</sub>	11.7 mL		88.3 mL
Bk1	0 mg/L CaCO <sub>3</sub>	0 mL	100 mL	
Bk2	0 mg/L CaCO <sub>3</sub>	0 mL	100 mL	

Donde C = C<sub>max</sub>

Nota: Todas las soluciones se prepararon en balón aforado de 100 mL

## TABLA CODIFICACIÓN DE LOTES

SOLUCION	LOTE 1	LOTE 2	LOTE 3	LOTE 4	LOTE 5	LOTE 6
1	10	41	70	70	1	10
2	11	42	71	71	2	11
3	12	43	72	72	3	12
4	13	44	73	73	4	13
5	14	45	74	74	5	14
6	16	46	75	75	6	15
7	18	47	76	76	7	16
8	19	48	77	77	8	17

## TABLA DECODIFICACION DE LOTES

SOLUCION	LOTE 1	LOTE 2	LOTE 3	LOTE 4	LOTE 5	LOTE 6
1-BK1	19	43	71	72	1	14
2-BK2	12	48	72	74	5	15
3-E 0.9C	11	46	70	70	2	13
4-E 0.09C	18	42	73	75	3	12
5-M1	10	41	74	73	4	17
6-M2	13	45	77	77	7	16
7-M1+A1	14	44	75	76	6	11
8-M2+A2	16	47	76	71	8	10

## RESULTADOS OBTENIDOS EN LOS ANÁLISIS POR LOTES

Solución (ppm)	LOTE 1	LOTE 2	LOTE 3	LOTE 4	LOTE 5	LOTE 6
1-BK1	0	0,1	0,1	0	0	0,1
2-BK2	0	0,1	0	0	0,1	0,1
3-E 0.9C	173	175	180	179	180	170
4-E 0.09C	17	19	20	19	19	19
5-M1	24	25	25	27	25	23
6-M2	23	25	26	25	25	24
7-M1+A1	81	79	80	80	81	79
8-M2+A2	137	135	140	140	140	138

**Nota:** La técnica utilizada para este método es por valoración con EDTA bajo indicador de Murexida.

## RESULTADOS ARROJADOS POR EL PROGRAMA DE VALIDACIÓN

TABLA DE DATOS						
	Constantes	U	C	v	V	LMS
	M1	24,83	1000	5,7	94,3	200
Solución	LOTE1	LOTE2	LOTE3	LOTE4	LOTE5	LOTE6
1-BK1	0	0,1	0,1	0	0	0,1
2-BK2	0	0,1	0	0	0,1	0,1
3-E 0.9C	173	175	180	179	180	170
4-E 0.09C	17	19	20	19	19	19
5-M1	24	25	25	27	25	23
6-M2	23	25	26	25	25	24
7-M1+A1	81	79	80	80	81	79
8-M2+A2	137	135	140	140	140	138
	Constantes	U	C	v	V	
	M2	24,67	1000	11,7	88,3	

Donde:

- U:** Concentración del agua natural, sin adición.
- C:** Concentración de la Solución Estándar (CSE) del parámetro fisicoquímico usada para la adición.
- v:** Volumen de la “CSE” del parámetro fisicoquímico.
- V:** Volumen de agua natural tomado para ser adicionado.
- LMS:** Concentración máxima del rango de Trabajo (C<sub>max</sub>)

## ANALISIS DE VARIANZA FUENTE DE VARIABILIDAD

	Suma de los Cuadrados			Grados de Libertad			Cuadrados Medios		
	SLN	Entre lotes SQ1	Dentro del lote SQ0	TOTAL SQt	Entre lotes N1	Dentro del lote No	Total Nt	Entre lotes M1	Dentro del lote Mo
TESTIGO	1 Y 2	0,0200	0,0100	0,0300	5	6	11	0,0040	0,0016667
3-E 0.9C	3	86,8333	0,0000	86,8333	5	0	5	17,3667	-
4-E 0.09C	4	4,8333	0,0000	4,8333	5	0	5	0,9667	
5-M1	5	8,8333	0,0000	8,8333	5	0	5	1,7667	-
6-M2	6	5,3333	0,0000	5,3333	5	0	5	1,0667	
7-M1+A1	7	4,0000	0,0000	4,0000	5	0	5	0,8000	-
8-M2+A2	8	21,3333	0,0000	21,3333	5	0	5	4,2667	

## CALCULO DE LAS DESVIACIONES ESTANDARES.

	BLANCO	0.9C	0.09C	M1	M1+A1	M2	M2+A2
<b>M<sub>0</sub></b>	0,0016667	-	-	-	-	-	-
<b>M<sub>1</sub></b>	0,00400	17,36667	0,96667	1,76667	0,80000	1,06667	4,26667
<b>S<sub>d</sub></b>	0,04082	-	-	-	-	-	-
<b>S<sub>e</sub></b>	0,06325	4,16733	0,98319	1,32916	0,89443	1,03280	2,06559
<b>GMC</b>	0,050	176,167	18,833	24,833	80,000	24,667	138,333

## EVALUACION DE LA PRECISION

### ACEPTABILIDAD DE LAS DESVIACIONES ESTÁNDAR ( $St < W$ )

#### PRUEBA PARA VERIFICAR SI LAS DESVIACIONES ESTÁNDAR SON ACEPTABLES

Valor mínimo de interés para el parámetro en cuestión: <span style="border: 1px solid red; padding: 2px;">20</span>	BLANCO	0.9 C	0.09 C	M1	M1+A1	M2	M2+A2
St = Se , (St = Sd) para el testigo	Sd	Se	Se	Se	Se	Se	Se
	0,0408	4,1673	0,9832	1,3292	0,8944	1,0328	2,0656
$St^2 = Se^2 + Sd^2$	0,0057	17,3667	0,9667	1,7667	0,8000	1,0667	4,2667
St	0,0753	4,1673	0,9832	1,3292	0,8944	1,0328	2,0656
Concentración (GMC)	0,0500	176,1667	18,8333	24,8333	80,0000	24,6667	138,3333
W (meta a alcanzar) * 0.05 X GMC 0.25 X VMI	0,0025	8,8083	0,9417	1,2417	4,0000	1,2333	6,9167
	5,0000	5,0000	5,0000	5,0000	5,0000	5,0000	5,0000
W	5,0000	8,8083	5,0000	5,0000	5,0000	5,0000	6,9167
$St < W$ ?	<b>SI</b>	<b>SI</b>	<b>SI</b>	<b>SI</b>	<b>SI</b>	<b>SI</b>	<b>SI</b>

Donde:

W: es la meta a alcanzar

#### Observaciones:

- El resultado mayor entre ambos será W
- La meta W corresponde al 5 % de la concentración (GMC) o 0.25 veces el valor

## EVALUACIÓN DE LA EXACTITUD

### CALCULO DE LA RECUPERACIÓN PROMEDIO R1 (R1/d1)

MUESTRA 1 (M1)						
2 2,1	PRUEBA DE LA RECUPERACIÓN DE LA ADICIÓN : Cálculo de la recuperación de la media y su desviación estándar					
Prueba	<b>Muestra adicionada (M1+A1) - Muestra sin adición (M1)</b>					
	Lote 1	Lote 2	Lote 3	Lote 4	Lote 5	Lote 6
<b>M1</b>	57,00	54,00	55,00	53,00	56,00	56,00
	-	-	-	-	-	-
	57,000	54,000	55,000	53,000	56,000	56,000
<b>M<sup>2</sup></b>	3249,0000	2916,0000	3025,0000	2809,0000	3136,0000	3136,0000

$\sum M =$	331,000	$\sum M^2 =$	18271,00
$(\sum M)^2 =$	109561	$\frac{(\sum M)^2}{6} =$	18260,17
$R = \frac{\sum M}{6} =$	55,167	$\left  \sum M^2 - \frac{(\sum M)^2}{6} \right  =$	10,8333
		$\left  \sum M^2 - \frac{(\sum M)^2}{6} \right  \div 5 =$	2,16667
$S = \sqrt{\left  \sum M^2 - \frac{(\sum M)^2}{6} \right  \div 5} =$			1,47196



### Cálculo de la recuperación esperada.

<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="padding: 2px;">U=</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">24,83</td> <td style="padding: 2px;">mg/L</td> </tr> <tr> <td style="padding: 2px;">C=</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">1000</td> <td style="padding: 2px;">mg/L</td> </tr> </table>	U=	24,83	mg/L	C=	1000	mg/L	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="padding: 2px;">V=</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">94,3</td> <td style="padding: 2px;">mg/L</td> </tr> <tr> <td style="padding: 2px;">v=</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">5,7</td> <td style="padding: 2px;">mg/L</td> </tr> </table>	V=	94,3	mg/L	v=	5,7	mg/L
U=	24,83	mg/L											
C=	1000	mg/L											
V=	94,3	mg/L											
v=	5,7	mg/L											

$$d = \frac{v(C-U)}{V+v} = 55,5845 \text{ mg/L}$$

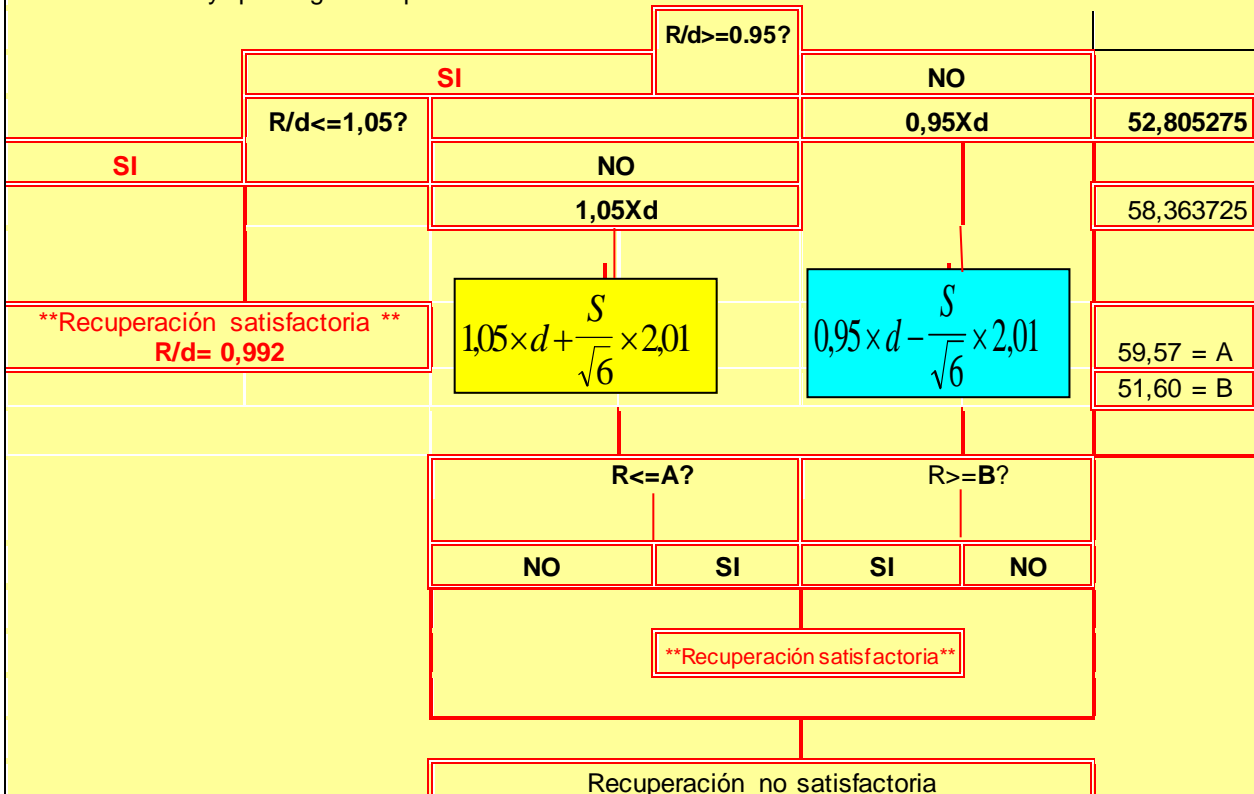
En el cálculo de la recuperación esperada "d" se hace la corrección de la dilución de la muestra con el volumen.

### EVALUACION DE LA RECUPERACION DE LA ADICION ESTANDAR-A1

La meta de recuperación para parámetros ESTABLES es de 95 – 105 y para parámetros INESTABLES es menor de 95.

<b>S =</b>	<b>1,4720</b>
	<b>1,2079</b>
$t_{0,95}=2.015$	<b>2,01</b>
con y = 5	tabla t bilateral
$\frac{S}{\sqrt{6}} \times 2.01$	<b>1,2079</b>
R/d	<b>R/d= 0,992</b>
R=	<b>55,17</b>
d=	<b>55,58</b>

En esta tabla hay que seguir los pasos de acuerdo a las condiciones dadas.



## CALCULO DE LA RECUPERACION PROMEDIO R2 (R2/d2)

**MUESTRA 2 (M2)**  
**2** PRUEBA DE LA RECUPERACION DE LA ADICION :  
**2,1** Cálculo de la recuperación de la media y su desviación estándar

Prueba	Muestra adicionada (M2+A2) - Muestra sin adición (M2)					
	Lote 1	Lote 2	Lote 3	Lote 4	Lote 5	Lote 6
<b>M2</b>	114,00	110,00	114,00	115,00	115,00	114,00
	-	-	-	-	-	-
	114,00	110,00	114,00	115,00	115,00	114,00
<b>M<sup>2</sup></b>	12996,00	12100,0	12996,00	13225,0	13225,0	12996,0

$$\sum M =$$

682,000

$$\sum M^2 =$$

77538,00

$$\left(\sum M\right)^2 =$$

465124,0

$$\frac{\left(\sum M\right)^2}{6} =$$

77520,67

$$R = \frac{\sum M}{6} =$$

113,6667

$$\left| \sum M^2 - \frac{\left(\sum M\right)^2}{6} \right| =$$

17,33333

$$\left| \sum M^2 - \frac{\left(\sum M\right)^2}{6} \right| \div 5 =$$

3,46667

$$S = \sqrt{\left| \sum M^2 - \frac{\left(\sum M\right)^2}{6} \right| \div 5} =$$

1,8619

### Cálculo de la recuperación esperada.

<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="padding: 2px;">U=</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">24,67</td> <td style="padding: 2px;">mg/L</td> </tr> <tr> <td style="padding: 2px;">C=</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">1000</td> <td style="padding: 2px;">mg/L</td> </tr> </table>	U=	24,67	mg/L	C=	1000	mg/L	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="padding: 2px;">V=</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">88,3</td> <td style="padding: 2px;">mg/L</td> </tr> <tr> <td style="padding: 2px;">v=</td> <td style="text-align: center; padding: 2px;">11,7</td> <td style="padding: 2px;">mg/L</td> </tr> </table>	V=	88,3	mg/L	v=	11,7	mg/L
U=	24,67	mg/L											
C=	1000	mg/L											
V=	88,3	mg/L											
v=	11,7	mg/L											

$$d = \frac{v(C-U)}{V+v} = 114.1140 \text{ mg/L}$$

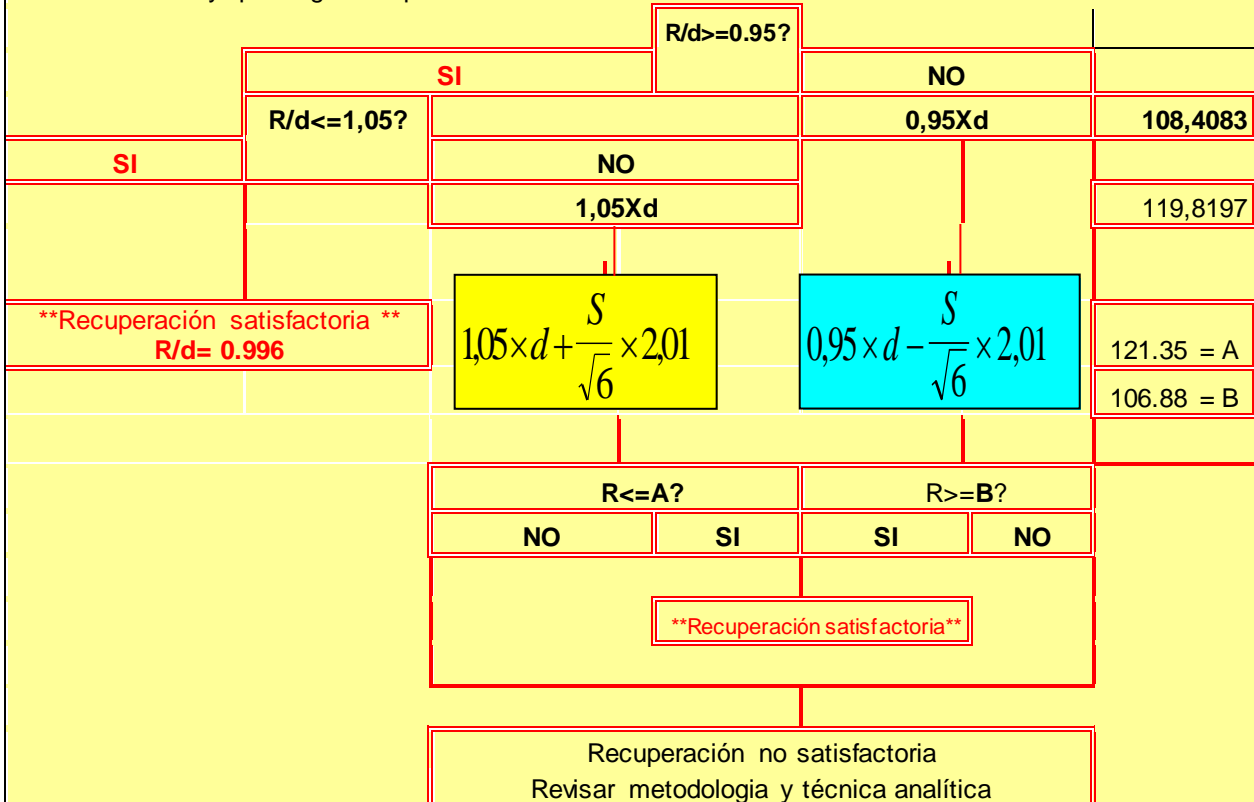
En el cálculo de la recuperación esperada "d" se hace la corrección de la dilución de la muestra con el volumen.

### EVALUACION DE LA RECUPERACION DE LA ADICION ESTANDAR-A2

La meta de recuperación para parámetros ESTABLES es de 95 – 105 y para parámetros INESTABLES es menor de 95.

<b>S =</b>	<b>1,8619</b>
	<b>1,5278</b>
$t_{0,95}=2.015$	con y = 5
	tabla t bilateral
$\frac{S}{\sqrt{6}} \times 2.01$	<b>2,01</b>
R/d	<b>R= 113,67</b>
	<b>d= 114.11</b>
	<b>R/d= 0.996</b>

En esta tabla hay que seguir los pasos de acuerdo a las condiciones dadas.



## VALIDACIÓN DE TÉCNICA DE DUREZA TOTAL

El procedimiento a seguir es igual al que utilizamos en la validación de Dureza Calcica, lo único que va a cambiar son las concentraciones de los estándares y de las adiciones.

### Los pasos a seguir son:

11. se va a asignar una concentración máxima la cual nos va a servir para realizar las concentraciones de las soluciones estándares y de las adiciones. Se llamara  $C_{max}$ .
12. Antes de preparar las soluciones para la validación tenemos que conocer la concentración a la cual se encuentra nuestra *agua analítica*, para ello valoramos la muestra y encontramos la concentración de Dureza Total en el agua y a esta concentración la llamaremos  $M$ .
13. Se prepararan dos soluciones estándares que se llaman 0.9C y 0.09C las cuales se prepararan de una solución madre de  $CaCO_3$  de 1000 ppm
14. Se prepararan dos soluciones mas las cuales serán adiciones y se llaman A1 y A2 y se preparan de la siguiente forma:  
 $A1 = 0.4C - 37$ , Entonces  
 $A1 \text{ (ppm)} = 80 - 37$   
 $A1 \text{ (ppm)} = 43$   
  
Para la adición número dos será:  
 $A2 = 0.7C - 37$ , Entonces  
 $A2 \text{ (ppm)} = 140 - 37$   
 $A2 \text{ (ppm)} = 103$
15. Antes de empezar a codificar tomamos 2 soluciones a las cuales llamaremos Bk ya que van a ser nuestros blancos de reactivos y se preparan solo con Agua Destilada.
16. Luego de tener las soluciones preparadas seguimos con la parte de codificación realizada por la doctora Luceneth

17. Se le realizan a todas las soluciones la prueba para determinar la concentración de la dureza total en el agua de consumo humano.
18. Después del 6° lote se prosigue a decodificar.
19. Se introducen los datos en el programa de Validación, el cual es suministrado por la Seccional de salud. Este programa nos indica si el método es aceptado o no de acuerdo a sus porcentajes de recuperación, dándonos otros resultados como su precisión, exactitud y análisis de varianza entre otros.
20. Después de que el programa nos dice si el método es aceptado reportaremos los resultados en el manual de laboratorio.

**TABLA DE CONCENTRACIONES DE SOLUCIONES A PREPARAR**

<b>C<sub>max</sub> 200 mg/L CaCO<sub>3</sub></b>	<b>Concentración</b>	<b>mL sln CaCO<sub>3</sub> 1000 ppm</b>	<b>mL H<sub>2</sub>O Dest</b>	<b>mL H<sub>2</sub>O Analítica</b>
0.9C	180 mg/L CaCO <sub>3</sub>	18 mL	82 mL	
0.09C	18 mg/L CaCO <sub>3</sub>	1.8 mL	99.2 mL	
M1	37 mg/L CaCO <sub>3</sub>	0 mL		100 mL
M2	37 mg/L CaCO <sub>3</sub>	0 mL		100 mL
A1	43 mg/L CaCO <sub>3</sub>	4.3 mL		95.7 mL
A2	103 mg/L CaCO <sub>3</sub>	10.3 mL		89.7 mL
Bk1	0 mg/L CaCO <sub>3</sub>	0 mL	100 mL	
Bk2	0 mg/L CaCO <sub>3</sub>	0 mL	100 mL	

Donde C = C<sub>max</sub>

**Nota:** Todas las soluciones se prepararon en balón aforado de 100 mL

**TABLA CODIFICACION DE LOTES**

<b>Solución</b>	<b>LOTE1</b>	<b>LOTE2</b>	<b>LOTE3</b>	<b>LOTE4</b>	<b>LOTE5</b>	<b>LOTE6</b>
<b>1</b>	1	30	62	80	20	90
<b>2</b>	2	31	63	81	21	91
<b>3</b>	3	32	64	82	22	92
<b>4</b>	4	33	65	83	23	93
<b>5</b>	5	36	66	84	24	94
<b>6</b>	6	37	67	85	25	95
<b>7</b>	7	38	68	86	26	96
<b>8</b>	8	39	69	87	27	97

## TABLA DECODIFICACIÓN DE LOTES

Solución	LOTE1	LOTE2	LOTE3	LOTE4	LOTE5	LOTE6
1-BK1	3	30	66	86	21	94
2-BK2	6	36	69	87	27	95
3-E 0.9C	5	31	62	85	20	92
4-E 0.09C	7	33	65	80	22	93
5-M1	2	32	68	81	23	90
6-M2	1	37	64	84	26	91
7-M1+A1	4	38	67	82	24	97
8-M2+A2	8	39	63	83	25	96

## RESULTADOS OBTENIDOS EN LOS ANÁLISIS POR LOTES

Solución (ppm)	LOTE1	LOTE2	LOTE3	LOTE4	LOTE5	LOTE6
1-BK1	0	0	0,1	0	0	0,1
2-BK2	0	0	0,1	0	0	0,2
3-E 0.9C	180	180	179	178	179	180
4-E 0.09C	20	20	20	21	20	19
5-M1	42	39	39	39	39	41
6-M2	42	40	39	38	40	42
7-M1+A1	79	80	80	81	81	80
8-M2+A2	139	138	141	138	139	137

**Nota:** La técnica utilizada para este método es por valoración con EDTA bajo indicador de Negro de Eriocromo.

## RESULTADOS ARROJADOS POR EL PROGRAMA DE VALIDACIÓN

TABLA DE DATOS						
	Constantes	U	C	v	V	LMS
	M1	39,83	1000	4,3	95,7	200
Solución	LOTE1	LOTE2	LOTE3	LOTE4	LOTE5	LOTE6
1-BK1	0	0	0,1	0	0	0,1
2-BK2	0	0	0,1	0	0	0,2
3-E 0.9C	180	180	179	178	179	180
4-E 0.09C	20	20	20	21	20	19
5-M1	42	39	39	39	39	41
6-M2	42	40	39	38	40	42
7-M1+A1	79	80	80	81	81	80
8-M2+A2	139	138	141	138	139	137
	Constantes	U	C	v	V	
	M2	40,17	1000	10,3	89,7	

Donde:

- U:** Concentración del agua natural, sin adición.
- C:** Concentración de la Solución Estándar (CSE) del parámetro fisicoquímico usada para la adición.
- v:** Volumen de la “CSE” del parámetro fisicoquímico.
- V:** Volumen de agua natural tomado para ser adicionado.
- LMS:** Concentración máxima del rango de Trabajo (C<sub>max</sub>)

**ANALISIS DE VARIANZA**  
**FUENTE DE VARIABILIDAD**

	SLN	Suma de los Cuadrados			Grados de Libertad			Cuadrados Medios	
		Entre lotes SQ1	Dentro del lote SQ0	TOTAL SQt	Entre lotes N1	Dentro del lote No	Total Nt	Entre lotes M1	Dentro del lote Mo
TESTIGO	1 Y 2	0,0442	0,0050	0,0492	5	6	11	0,0088	0,0008333
3-E 0.9C	3	3,3333	0,0000	3,3333	5	0	5	0,6667	-
4-E 0.09C	4	2,0000	0,0000	2,0000	5	0	5	0,4000	-
5-M1	5	8,8333	0,0000	8,8333	5	0	5	1,7667	-
6-M2	6	12,8333	0,0000	12,8333	5	0	5	2,5667	-
7-M1+A1	7	2,8333	0,0000	2,8333	5	0	5	0,5667	-
8-M2+A2	8	9,3333	0,0000	9,3333	5	0	5	1,8667	-

**CALCULO DE LAS DESVIACIONES ESTÁNDARES TOTALES**

**CALCULO DE LAS DESVIACIONES ESTANDARES.**

	BLANCO	0.9C	0.09C	M1	M1+A1	M2	M2+A2
<b>M<sub>0</sub></b>	0,0008333	-	-	-	-	-	-
<b>M<sub>1</sub></b>	0,00883	0,66667	0,40000	1,76667	0,56667	2,56667	1,86667
<b>S<sub>d</sub></b>	0,02887	-	-	-	-	-	-
<b>S<sub>e</sub></b>	0,09399	0,81650	0,63246	1,32916	0,75277	1,60208	1,36626
<b>GMC</b>	0,042	179,333	20,000	39,833	80,167	40,167	138,667



## EVALUACION DE LA PRECISION

### ACEPTABILIDAD DE LAS DESVIACIONES ESTÁNDAR ( $St < W$ )



#### PRUEBA PARA VERIFICAR SI LAS DESVIACIONES ESTÁNDAR SON ACEPTABLES

Valor mínimo de interés para el parámetro en cuestión: <span style="border: 1px solid red; padding: 2px;">20</span>	BLANCO	0.9 C	0.09 C	M1	M1+A1	M2	M2+A2
$St = Se$ , ( $St = Sd$ ) para el testigo	Sd	Se	Se	Se	Se	Se	Se
	0,0289	0,8165	0,6325	1,3292	0,7528	1,6021	1,3663
$St^2 = Se^2 + Sd^2$	0,0097	0,6667	0,4000	1,7667	0,5667	2,5667	1,8667
St	0,0983	0,8165	0,6325	1,3292	0,7528	1,6021	1,3663
Concentración (GMC)	0,0417	179,3333	20,0000	39,8333	80,1667	40,1667	138,6667
W (meta a alcanzar) * 0.05 X GMC 0.25 X VMI	0,0021	8,9667	1,0000	1,9917	4,0083	2,0083	6,9333
	5,0000	5,0000	5,0000	5,0000	5,0000	5,0000	5,0000
W	5,0000	8,9667	5,0000	5,0000	5,0000	5,0000	6,9333
$St < W$ ?	SI	SI	SI	SI	SI	SI	SI

Donde:

W: es la meta a alcanzar

#### Observaciones:

-  El resultado mayor entre ambos será W
-  La meta W corresponde al 5 % de la concentración (GMC) o 0.25 veces el valor

## EVALUACION DE LA EXACTITUD

### CALCULO DE LA RECUPERACION PROMEDIO R1 (R1/d1)

**MUESTRA 1 (M1)**  
 PRUEBA DE LA RECUPERACION DE LA ADICION :  
 Cálculo de la recuperación de la media y su desviación estándar

Prueba	<b>Muestra adicionada (M1+A1) - Muestra sin adición (M1)</b>					
	Lote 1	Lote 2	Lote 3	Lote 4	Lote 5	Lote 6
<b>M1</b>	37,00	41,00	41,00	42,00	42,00	39,00
	-	-	-	-	-	-
	37,00	41,00	41,00	42,00	42,00	39,00
<b>M<sup>2</sup></b>	1369,0000	1681,0000	1681,0000	1764,0000	1764,0000	1521,0000

$$\sum M = 242,000 \qquad \sum M^2 = 9780,00$$

$$\left(\sum M\right)^2 = 58564 \qquad \frac{\left(\sum M\right)^2}{6} = 9760,67$$

$$R = \frac{\sum M}{6} = 40,333 \qquad \left| \sum M^2 - \frac{\left(\sum M\right)^2}{6} \right| = 19,3333$$

$$\left| \sum M^2 - \frac{\left(\sum M\right)^2}{6} \right| \div 5 = 3,86667$$

$$S = \sqrt{\left| \sum M^2 - \frac{\left(\sum M\right)^2}{6} \right| \div 5} = 1,96638$$

**Cálculo de la recuperación esperada.**

<b>U=</b>	39,83	mg/L	<b>V=</b>	95,7	mg/L
<b>C=</b>	1000	mg/L	<b>v=</b>	4,3	mg/L

$$d = \frac{v(C-U)}{V+v} = \boxed{41,2872} \text{ mg/L}$$

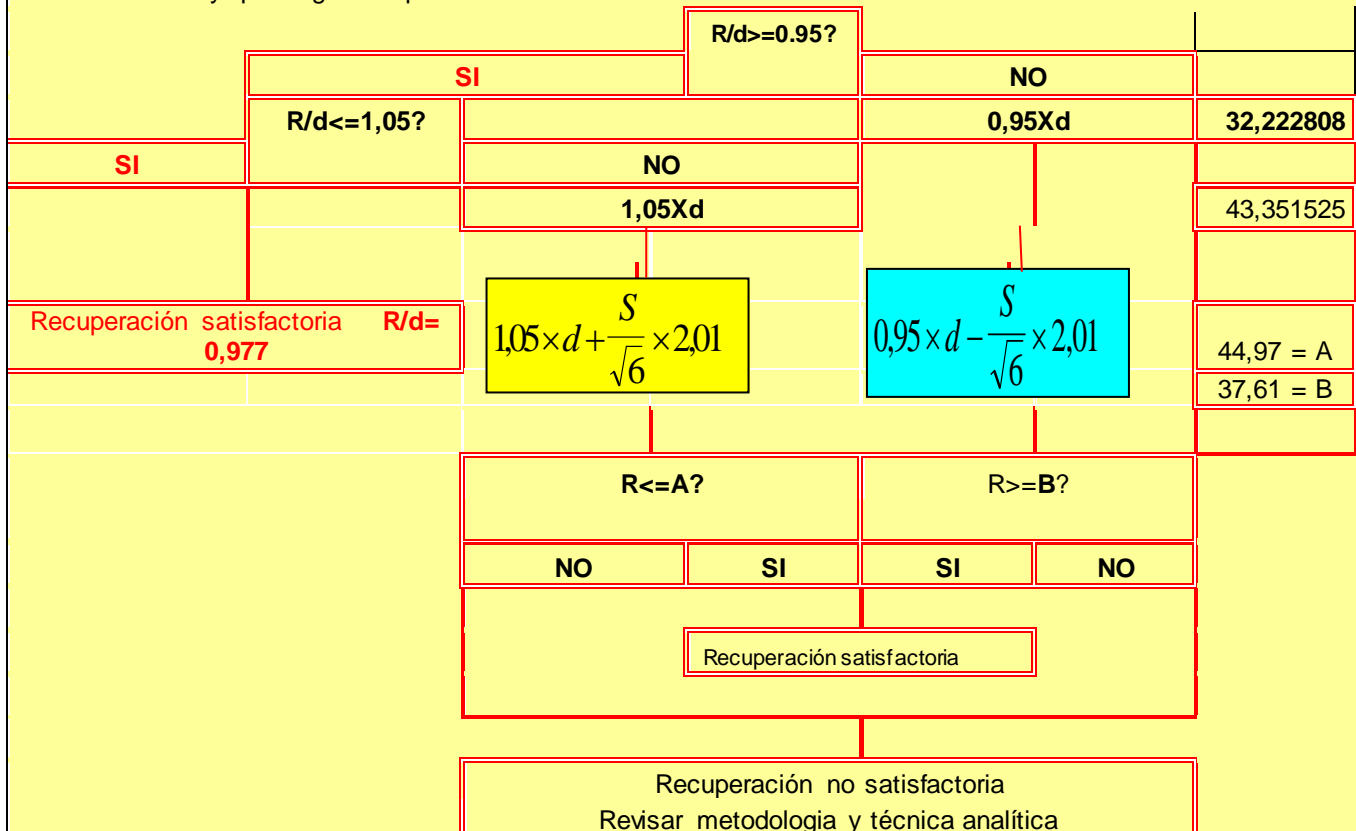
En el cálculo de la recuperación esperada "d" se hace la corrección de la dilución de la muestra con el volumen.

**EVALUACION DE LA RECUPERACION DE LA ADICION ESTANDAR-A1**

La meta de recuperación para parámetros ESTABLES es de 95 – 105 y para parámetros INESTABLES es menor de 95.

<b>S =</b>	<b>1,9664</b>
	<b>1,6136</b>
$t_{0,95}=2.015$ con $y = 5$	tabla t bilateral <b>2,01</b>
$\frac{S}{\sqrt{6}} \times 2.01$	<b>1,6136</b>
<b>R/d</b>	<b>R= 40,33</b> <b>d= 41,29</b> <b>R/d= 0,977</b>

En esta tabla hay que seguir los pasos de acuerdo a las condiciones dadas.



## CALCULO DE LA RECUPERACIÓN PROMEDIO R2 (R2/d2)

### MUESTRA 2 (M2)

2  
2,1

PRUEBA DE LA RECUPERACION DE LA ADICION :  
Cálculo de la recuperación de la media y su desviación estándar

Prueba	Muestra adicionada (M2+A2) - Muestra sin adición (M2)					
	Lote 1	Lote 2	Lote 3	Lote 4	Lote 5	Lote 6
M2	97,000	98,000	102,000	100,000	99,000	95,000
	-	-	-	-	-	-
	97,000	98,000	102,000	100,000	99,000	95,000
M <sup>2</sup>	9409,00000	9604,00000	10404,00000	10000,00000	9801,00000	9025,00000

$$\sum M =$$

591,000

$$\sum M^2 =$$

58243,00

$$\left(\sum M\right)^2 =$$

349281,0

$$\frac{\left(\sum M\right)^2}{6} =$$

58213,50

$$R = \frac{\sum M}{6} =$$

98,5000

$$\left| \sum M^2 - \frac{\left(\sum M\right)^2}{6} \right| =$$

29,50000

$$\left| \sum M^2 - \frac{\left(\sum M\right)^2}{6} \right| \div 5 =$$

5,90000

$$S = \sqrt{\left| \sum M^2 - \frac{\left(\sum M\right)^2}{6} \right| \div 5} =$$

2,4290

**Cálculo de la recuperación esperada.**

$U = \frac{40,17}{200} \text{ mg/L}$ $C = \frac{200}{200} \text{ mg/L}$	$V = \frac{89,7}{10,3} \text{ mg/L}$ $v = \frac{10,3}{10,3} \text{ mg/L}$
--	--

$$d = \frac{v(C-U)}{V+v} = 98,8628 \text{ mg/L}$$

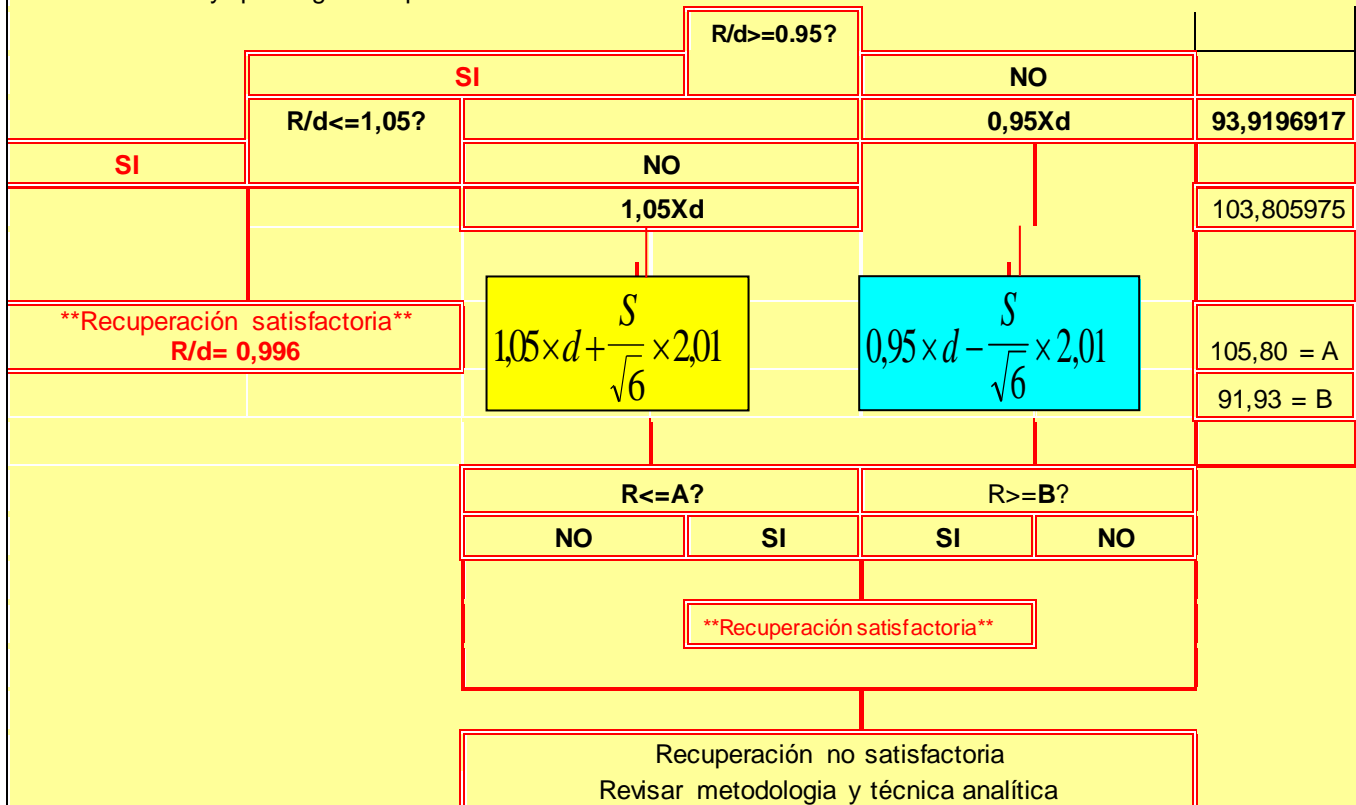
En el cálculo de la recuperación esperada "d" se hace la corrección de la dilución de la muestra con el volumen.

**EVALUACION DE LA RECUPERACION DE LA ADICION ESTANDAR-A2**

La meta de recuperación para parámetros ESTABLES es de 95 – 105 y para parámetros INESTABLES es menor de 95.

<b>S =</b>	<b>2,4290</b>
	<b>1,9932</b>
$t_{0,95}=2.015$ con $y = 5$	tabla t bilateral <b>2,01</b>
$\frac{S}{\sqrt{6}} \times 2.01$	
<b>R/d</b>	<b>R= 98,50</b> <b>d= 98,86</b> <b>R/d= 0,996</b>

En esta tabla hay que seguir los pasos de acuerdo a las condiciones dadas.



## CONCLUSIONES

- Antes de validar estas técnicas se debe de tener conocimiento de para que validar un método y como debe hacerse, gracias a esta experiencia comprendí dicha finalidad y ahora estoy en total capacidad para realizar validaciones de técnicas similares.
- Se cumplió con el objetivo que era validar la técnica lo cual es muy importante para mí ya que en muchas ocasiones y con otros métodos no se ha podido llegar a este fin, pero los resultados obtenidos por estas técnicas fueron lo suficientemente buenos para que el programa aceptara la validación.
- El tiempo en las valoraciones y la cantidad de indicador agregado era de mucha importancia por eso a veces los resultados se veían afectados, pero no fueron muy relevantes.

## **PARTE 4**

# **ELABORACIÓN DE LAS CARTAS DE CONTROL INTERNO EN ANALISIS DE AGUAS**

## **CARTAS DE CONTROL INTERNO**

En el laboratorio se lleva un control de calidad interno el cual nos ayuda a saber como estamos trabajando diariamente y a controlar todas nuestras técnicas.

## **GRAFICOS DE CONTROL INTERNO**

La calidad de una medición en particular o de un proceso de medición se denomina *variables aleatorias*, y la cantidad de mediciones erróneas por no cumplir los requisitos de calidad, depende de la distribución de dichas variables aleatorias. Por lo tanto controlar el proceso de medición es tratar de que el proceso sea estable en el tiempo; mas exactamente que los parámetros significativos para nosotros sean constantes en el tiempo. Si en un determinado caso, ambos parámetros varían a lo largo de un proceso de control o del tiempo, hay que disponer de herramientas para detectar y encontrar la causa de dicha variación. En consecuencia el *Control Estadístico de Proceso* (CEP), es la herramienta básica que nos permitirá mantener el proceso de control estable y por lo tanto el control de un proceso de medición, para esta herramienta la base principal son los Gráficos de Control (GC). En control de Calidad se usan dos tipos de gráficos de control: uno por variables y otro por atributos, en este caso vamos a hablar del primero ya que es el que mas se utiliza



en los laboratorios de química analítica midiendo una variable cuantificable tal como una unidad de concentración.

## **OBJETIVOS BÁSICOS DE LOS GRÁFICOS DE CONTROL.**

- Mantener la vigilancia y el CEP para conseguir que el proceso sea estable evitando las mediciones erróneas. En consecuencia una buena planificación e implementación de los GC, reducirá el porcentaje de rechazo de valores dudosos en todos los procesos de medición a controlar con el consecuente ahorro de costos.
- Aumento en la homogeneidad de las mediciones mediante la disminución de la variabilidad del proceso de medición y en consecuencia conseguir una mejora continua de la calidad.
- Los GC son gráficos idóneos de control sobre los procesos de medición ya que se evitan los ajustes innecesarios.

## ESTADISTICA

Una GC no es más que un contraste de hipótesis de la forma:

$$H_0 (\mu = \mu_0) \text{ Vs } H_1 (\mu \neq \mu_0)$$

En el cual se contrasta la hipótesis en el gráfico de la media, y sus límites de control están dados por:

$$LCI = \mu_0 - 2\sigma$$

$$LCS = \mu_0 + 2\sigma$$

Esto quiere decir que el límite inferior se saca tomando la media menos dos veces la desviación estándar y el límite superior es la media más dos veces la desviación estándar. Esto se llama *Límite de Alerta* y nos indica que algo está sucediendo en nuestras mediciones por lo tanto hay que tener cuidado en lo que se está haciendo.

El *Límite de Acción* es con 3 desviaciones estándar, cuando algún dato nos da sobre o por debajo de este límite tenemos que actuar inmediatamente ya que este límite nos indica un alto grado de error en nuestra medición.

Cuando hablamos de la hipótesis en control de proceso, estamos diciendo que "el proceso de medición está bajo control", es decir que no existe diferencia estadísticamente

significativa entre la media muestral diaria y la media poblacional establecida como parámetro para definir cuándo el proceso está bajo control.









## CONCLUSIONES

- Se realizaron las cartas de control interno para todas las pruebas realizadas en el laboratorio, Teniendo ahora una mejor organización en el control que se lleva diariamente.
- La elaboración de estas cartas me han dado una idea mas clara en cuanto a lo importante que es seguir un control diario en cualquier tipo de trabajo en el que uno se encuentre.



## **GLOSARIO**

### **Testigo**

Muestra del producto que se toma como elemento de comparación.

### **Referencia**

Sustancia, diferente del producto analizado, que se utiliza para definir una propiedad o un nivel determinado de una cierta propiedad.

### **Exactitud**

Es la medida del grado de concordancia entre un resultado experimental y su valor previsto. Mide los errores sistemáticos. El problema está en conocer el valor verdadero de la muestra, que nunca se conoce, pero al cual nos podemos aproximar

### **Precisión**

Es la medida de las dispersiones de los datos en torno a un valor central y puede expresarse como rango, desviación estándar o varianza. Cuanto mayor sea la proximidad entre los análisis individuales, más precisos serán los resultados. Mide los errores aleatorios. También depende de los factores que influyen sobre la relación entre la señal y el analito.

Por lo general, la precisión se divide en dos categorías:

- *Buena repetitividad* → en las mismas condiciones (mismo laboratorio, material, condiciones de humedad y temperatura, mismo operador) se obtiene datos parecidos, con poca dispersión.

- *Buena reproducibilidad* → en distintas condiciones, se obtiene datos con poca dispersión

### **Sensibilidad**

Mide la capacidad de discriminar pequeñas diferencias de concentración en un analito. Va a depender de dos factores: la pendiente de la curva de calibrado y de la precisión o desviación estándar.

### **Selectividad**

Describe la habilidad de un procedimiento analítico para diferenciar entre varias sustancias en la muestra y es aplicable a métodos en los que dos o más componentes son separados y cuantificados en una matriz compleja.

### **Límite de detección**

Es la concentración mínima de analito que puede detectarse para un nivel de confianza dado.

## BIBLIOGRAFÍA

- Arribas V. Ceron P. Medina M. Muñoz G. “Introducción a las Tecnicas de Analisis Instrumental” Universidad Nacional.
- Skoog, D. “Fundamentos de Química Analítica”. Ed. Reverté. 1970. Barcelona.
- Sandoval J. “Validación de Métodos Analíticos, Estadística Básica aplicada a Análisis Instrumental”. Universidad del Valle, Depto de Química.
- Polania L. Acosta E. Sanchez M. “Análisis Físicoquímico y Microbiológico de La Leche”. 2ª Edición Corregida y Actualizada. Instituto Nacional de Salud. 1998. Bogotá.
- <http://www.ins.gov.co/>
- <http://www.ideam.gov.co/>
- <http://www.invima.gov.co/>

**PASANTIA EN EL LABORATORIO  
DEPARTAMENTAL DE SALUD PÚBLICA DEL  
QUINDÍO**

**ANDRES ELIAS JIMÉNEZ ARIAS**

**UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO  
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS Y TECNOLOGÍAS  
PROGRAMA DE QUÍMICA  
ARMENIA  
2006**

**PASANTIA EN EL LABORATORIO DEPARTAMENTAL DE  
SALUD PÚBLICA DEL QUINDÍO**

**ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICOS DE AGUA Y ALIMENTOS**

**ESTANDARIZACIÓN TÉCNICA FOSFATOS PARA ANÁLISIS DE AGUA**

**VALIDACIÓN DUREZA CALCICA Y TOTAL EN ANÁLISIS DE AGUA**

**ANDRÉS ELÍAS JIMÉNEZ ARIAS**

**Proyecto de pasantía,  
Presentado al comité de trabajos de grados,  
Para optar al título de Químico**

**UNIVERSIDAD DEL QUINDÍO  
FACULTAD DE CIENCIAS BÁSICAS Y TECNOLOGÍAS  
PROGRAMA DE QUÍMICA  
ARMENIA  
2006**